EXPERIMENTELLE UNTERSUCHUNGEN DES REFLEXIONSVERMÖGENS VON ALUMINIUM-AUFDAMPFSCHICHTEN FÜR RÖNTGENSTRAHLEN MIT DEM PROPORTIONALZÄHLROHR

INAUGURAL-DISSERTATION
zur
Erlangung der Doktorwürde
der
Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Freien Universität Berlin

vorgelegt von
Wolfgang Petzold
aus Berlin

1961

Druck:

Ernst - Reuter - Gesellschaft
der Förderer und Freunde der Freien Universität e.V.

Dissertations - Druckstelle

Berlin-Dahlem, Garystr. 45, Tel.: 76 52 61, App. 668

EXPERIMENTELLE UNTERSUCHUNGEN DES REFLEXIONSVERMÖGENS VON ALUMINIUM-AUFDAMPFSCHICHTEN FÜR RÖNTGENSTRAHLEN MIT DEM PROPORTIONALZÄHLROHR

INAUGURAL-DISSERTATION
zur
Erlangung der Doktorwürde
der
Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Freien Universität Berlin

vorgelegt von
Wolfgang Petzold
aus Berlin

R. UNIV.
BIBLIOTHEEK
LEIDEN

1. Referent: Prof. Dr. H. Lassen
2. Referent: Prof. Dr. R. Honerjäger

Tag der mündlichen Prüfung: 15. 7. 1961
Tag der Promotion: - 9. Dez. 1961

Inhalt

Seite

A. Einleitung 5

B. Experimentelle Anordnung

1. Überblick 8
2. Der Nachweis der Strahlung 10

C. Untersuchungen zum Strahlungsnachweis

1. Die Betriebsbedingungen des Proportionalzählrohres 13
2. Die Zählverluste 18
3. Das Impulshöhenspektrum der Röntgenstrahlung . . . 25
4. Abhängigkeit der Zählrohranzeige von der Einfallsrichtung der Röntgenstrahlung 29

D. Das Reflexionsvermögen von Glas BK 7

1. Zusammenstellung der Versuchsbedingungen 32
2. Die Justierung der Meßapparatur 33
3. Die Messung des Reflexionsvermögens 36
4. Meßergebnisse für Glasspiegel BK 7 39
5. Die Messung von δ und k für Glas BK 7 43
6. Die Berechnung des Reflexionsvermögens für Glas BK 7 44
7. Der Einfluß der nicht gerichteten Reflexion auf das gemessene Reflexionsvermögen 48
8. Abschließende Bemerkungen zum Reflexionsvermögen von Glas BK 7 51

E. Das Reflexionsvermögen von Aluminium-Aufdampfschichten 53

F. Zusammenfassung 63

G. Literatur 65

A. Einleitung

Die Fresnelschen Formeln erlauben es, das Reflexionsvermögen einer Grenzfläche aus den optischen Konstanten der dort aneinanderstoßenden Medien zu berechnen. Im Wellenlängenbereich der Röntgenstrahlen wurde aus dieser Tatsache eine oft benutzte Methode entwikkelt, Brechungsindex und Absorptionskoeffizient zu bestimmen, indem das gemessene Reflexionsvermögen bei passender Wahl der optischen Konstanten durch das nach den Fresnelschen Formeln berechnete möglichst gut approximiert wird. H. KIESSIG, der für Reflexionsmessungen an Nickel keine hinreichend guten Oberflächen am kompakten Material erhalten konnte, dampfte Nickelschichten auf optisch polierte Glasunterlagen im Hochvakuum auf und fand im Verlauf des Reflexionsvermögens Extrema, die dadurch zustande kommen, daß die an der Oberfläche der Aufdampfschicht reflektierte Strahlung mit der an der Grenzfläche Schicht - Glas reflektierten interferiert [1], [2]. Die Winkellage dieser Interferenzextrema hängt nach der von KIESSIG angegebenen Interferenzbedingung ab von der Dicke der Schicht und dem Brechungsindex ihres Materials. Die Ausmessung solcher Röntgenstrahlinterferenzen erlaubt weitere Schlüsse auf Eigenschaften der Aufdampfschicht, z.B. auf die Dichte des Materials, da diese vom Brechungsindex abhängt. Neben H. KIESSIG haben R. RIEDMILLER [3] und F. ODENBACH [4] solche Messungen durchgeführt, die alle Autoren zu dem Schluß führen, daß die Dichte von Aufdampfschichten geringer ist als die des kompakten Materials.

In neuerer Zeit hat das Studium von Aufdampfschichten durch Reflexionsmessungen mit Röntgenstrahlen wieder Interesse gewonnen, da die Erweiterung der Fresnelschen Formeln auf geschichtete Medien (vgl. z.B. [5]) und ihre numerische Auswertung auf elektronischen Rechenmaschinen die Möglichkeit einer genaueren Analyse der Meßwerte geben.

R.W. HENDRICK [6] untersuchte mit Al K-Strahlung das Reflexionsvermögen verschiedener Aufdampfschichten (u.a. Aluminium).

Die Anpassung des nach den Fresnelschen Formeln berechneten Reflexionsvermögens an das gemessene liefert für alle untersuchten Materialien ein Dekrement δ des Brechungsindex, das kleiner als das des kompakten Materials ist, der Absorptionskoeffizient k ist dagegen größer. Da sowohl δ wie k proportional zur Dichte ist, ergibt sich ein Widerspruch, den er als möglicherweise durch Oberflächenschichten verursacht deutet. Interferenzerscheinungen an den Aufdampfschichten sind in seinen Reflexionskurven nur z. T. angedeutet.

L. M. RIESER [7] führte ähnliche Untersuchungen für kürzere Wellenlängen durch (CuKα = 1,54 und VKβ = 2,28 Å). Auch seine Reflexionskurven lassen sich nicht durch die Fresnelschen Formeln für eine ebene Grenzschicht beschreiben, wenn in sie δ und k des kompakten Materials eingeführt wird. Die Meßkurve einer Aluminiumschicht von 1320 Å Dicke läßt sich für die CuKα-Stralung gut darstellen, wenn das Dekrement des Brechungsindex größer als das des kompakten Materials angenommen wird. Allerdings muß RIESER dazu einen verhältnismäßig großen Anteil von Al_2O_3 (10 %) annehmen, der sich nach einer Arbeit von A. BOETTCHER und G. HASS [8] über die Oxydation von Al-Schichten kaum verstehen läßt. Das Modell liefert für λ = 2,28 Å keine befriedigende Darstellung der Meßkurve. Röntgenstrahlinterferenzen werden nicht aufgelöst.

L. G. PARRATT und Mitarbeiter [9 - 14] haben eine Reihe von Arbeiten veröffentlicht, die sich vor allem mit Kupfer-Aufdampfschichten befassen. Auch PARRATT muß vom Normalwert abweichende Dichten in der Schicht annehmen, um die berechneten Kurven den gemessenen anzupassen. Darüber hinaus bestehende Abweichungen erklärt er durch eine nicht homogene Struktur der Schicht und entwickelt hierfür eine Modellvorstellung mit teilweise oxydierter, poröser Oberfläche [9 - 11]. In einer späteren Arbeit [13] verweisen die Verfasser mit Nachdruck auf die Wichtigkeit, die Aufdampfgeschwindigkeit bei der Herstellung der Schichten so groß wie möglich zu machen. Es gelingt ihnen dadurch, das Reflexionsvermögen der Cu-Aufdampfschichten durch ein 3-Medien-Modell (für Schichtdicken unter 150 Å allerdings mit verminderter Dichte) zu beschreiben.

Für Aluminium-Aufdampfschichten konnte schon W. WALKENHORST [15] zeigen, daß diese bei Einhaltung bestimmter Aufdampfgeschwindigkeiten die Dichte des kompakten Materials aufweisen. Dieses Ergebnis konnte in zwei von W. HINK und dem Verfasser [16], [17] veröffentlichten Arbeiten bestätigt werden: Der Brechungsindex für CuKα-Strahlung von Al-Aufdampfschichten erwies sich als unabhängig von der Schichtdicke und stimmte bis auf 1,3 % mit dem aus der Dispersionstheorie errechneten Wert für das kompakte Material überein. In Fortführung dieser Arbeiten bestand der Wunsch, die bis dahin benutzte Photoplatte durch ein Zählrohr zu ersetzen, um nicht nur die Winkellage der Interferenzextrema, sondern auch das quantitativ ausgemessene Reflexionsvermögen der Al-Schichten mit der Theorie vergleichen zu können.

B. Experimentelle Anordnung

1. Überblick

Die Messungen des Reflexionsvermögens für Röntgenstrahlen wurden mit divergenter Strahlung durchgeführt. Die Versuchsanordnung entsprach mit kleinen Verbesserungen der von HINK und vom Verfasser [16] angegebenen, die Strahlung wurde jedoch nicht photographisch registriert, sondern von einem Proportionalzählrohr mit nachfolgendem Einkanal-Impulshöhenanalysator nachgewiesen.

Als Strahlenquelle diente die von W. HINK [18] beschriebene Mikrofokus-Röntgenröhre (vgl. Abb. 1). Die von einem elektrostatischen

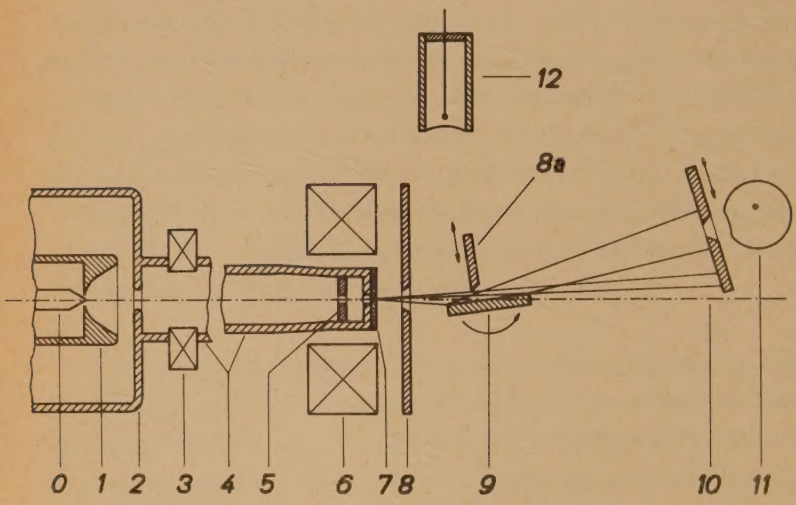

Abb. 1 Prinzip der Anordnung zur Messung des Reflexionsvermögens von Aufdampfschichten mit divergenter Röntgenstrahlung. 0 Haarnadelkathode, 1 Wehneltzylinder, 2 Anode, 3 magnetische Strahlablenkung, 4 Anodenrohr, 5 Aperturblende, 6 magnetische Polschuhlinse, 7 Membranantikathode, 8 Bleiblende, 8a Kantenblende, 9 Planspiegel mit Aufdampfschicht, 10 Zählrohrspalt, 11 Proportionalzählrohr mit Glimmerfenster, 12 Auslösezählrohr mit Glimmerfenster zur Kontrolle der Strahlintensität.

Dreielektrodensystem (Haarnadelkathode (0), Wehneltzylinder (1), Anode (2)) auf 37 kV beschleunigten und gebündelten Elektronen durchlaufen ein elektromagnetisches Strahlablenksystem (3), das Anodenrohr (4), eine Aperturblende von 0,5 mm Durchmesser (5) und werden von der Magnetlinse (6) auf die Membranantikathode (7) - einer 13,0 µ dicken Kupferfolie - fokussiert. Hochspannung und Kathodenheizung waren durch einen magnetischen Spannungskonstanthalter stabilisiert. Der Elektronenstrom im Brennfleck betrug 25 - 30 µA, der Emissionsstrom der Haarnadelkathode war etwa doppelt so groß. Bei annähernd gaußförmiger Strahlungsdichte-Verteilung betrug die Halbwertsbreite des Brennfleckes 3,8 µ. Die Welligkeit der Hochspannung betrug bei den entnommenen Strömen $\Delta U/2U < 2 \cdot 10^{-5}$ (Gleichrichtung in Graetz-Schaltung), die Stabilität der Röntgenstrahl-Emission lag bei $1 - 5 \cdot 10^{-2}\ h^{-1}$.

Der mit der zu untersuchenden Schicht bedampfte Spiegel (9) wurde an eine Halterung gekittet, die neben zwei Grobverstellungen für die Höhen- und Seitenlage des Spiegels eine Feinverstellung für seine Winkellage besitzt. Der Spiegel wurde so dicht an den Brennfleck gebracht, wie es der Aufbau der Magnetlinse zuließ, um bei vorgegebener Einstellung in einem möglichst großen Winkelbereich das Reflexionsvermögen messen zu können.

Die in [16] verwendete Bleiblende (8) wurde nur benutzt, um den Röntgenstrahl grob auszublenden und den Streuuntergrund niedrig zu halten. Die am Spiegel vorbeigehende Strahlung, die sich der reflektierten überlagern würde, wurde durch eine Kantenblende (8a) aus 2,5 mm starkem Wolframblech abgeschirmt.

Die Röntgenstrahlung wurde mit einem Proportionalzählrohr (11) nachgewiesen. Dieses konnte in einer spindelgetriebenen Verstellung durch einen Synchronmotor mit Wechselgetriebe linear verschoben werden. Die das Zählrohr treffende Strahlung wurde durch einen Wolframspalt (10) mit 2,5 mm starken Backen ausgeblendet. Zwischen Spalt und Glimmerfenster des Proportionalzählrohres befand sich eine Bleiblende, die die Spaltlänge auf 10 mm begrenzte und die das

Zählrohr treffende Streustrahlung der Spaltbacken herabsetzte. Spalt und Zählrohr waren an einem Konus montiert, so daß man mit einer Mikrometerspindel den Spalt sehr genau parallel zur Spiegeloberfläche (bzw. parallel zu den Interferenzlinien) justieren konnte.

Die bei den Reflexionsmessungen verwendete feste Geometrie machte es möglich, die Strahlintensität der Röntgenröhre durch ein Auslösezählrohr mit Glimmerfenster (12), das die am Spiegel und an der Kantenblende gestreute Strahlung nachwies, zu kontrollieren und gegebenenfalls die Meßwerte entsprechend zu korrigieren.

2. Der Nachweis der Strahlung

Das Reflexionsvermögen einer Grenzfläche ist von der Wellenlänge der Strahlung abhängig. Es ist daher notwendig, für Messungen des Reflexionsvermögens monochromatische Strahlung zu verwenden. In der gebräuchlichen Meßanordnung (vgl. z.B. [1], [6], [12]) wird daher die Strahlung der Röntgenröhre mit einem Kristall spektral zerlegt und ein hinreichend ausgeblendetes monochromatisches Parallelbündel am Spiegel reflektiert. Die Abhängigkeit des Reflexionsvermögens vom Einfallswinkel erfaßt man bei dieser Anordnung durch Drehen des Spiegels.

Will man die experimentellen Vorteile ausnutzen, die die Messung des Reflexionsvermögens in divergenter Strahlung bietet, kann man die erforderliche Monochromatisierung auf zwei Wegen erreichen: Durch gebogene Kristalle (vgl. [19]) oder durch einen hinreichend selektiven Empfänger. In der vorliegenden Arbeit wurde der zweite Weg beschritten, da das Spektrum der verwendeten Mikrofokus-Röntgenröhre weitgehend aus charakteristischer Strahlung bestand. Als Empfänger wurde ein Proportionalzählrohr in Verbindung mit einem Einkanal-Impulshöhenanalysator verwendet.

Die benutzte Anordnung zum Strahlungsnachweis ist in Abb. 2 skizziert. Als Zählrohr wurde das von TROST [20] beschriebene Proportionalzählrohr IZ 10/P mit Glimmerfenster (Laboratorium

Prof. Berthold) verwendet. Der WHITE-Kathodenverstärker [21a] steckte direkt auf dem Sockel des Zählrohres, um dessen wirksame Kapazität klein zu halten. Der folgende Verstärker war ein übersteuerungsfester linearer Impuls-Verstärker nach FAIRSTEIN [21a] (Nuclear Enterprises Ltd. Type NE 5202). Seine Impulsformung durch zwei Verzögerungsleitungen erforderte am Eingang des verwendeten Verstärkers eine Abfallzeit des Impulses von mehr als 5 µsec., um die Entstehung von Doppelimpulsen sicher zu vermeiden. Die benutzte Anordnung erfüllte diese Bedingung. Die Impulse wurden nach der

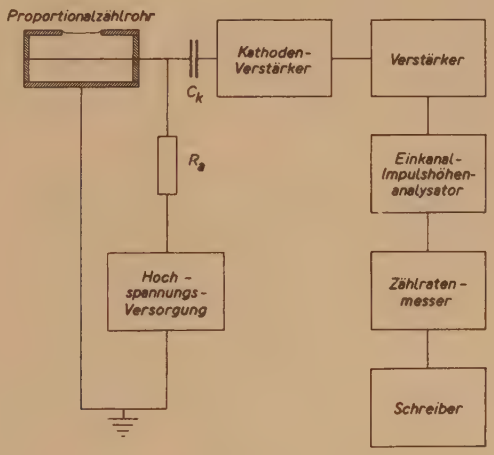

Abb. 2 Prinzipschaltbild des Proportionalzählrohres IZ 10/P mit Impulshöhenanalysator. Arbeitswiderstand R_a = 100 kΩ , Koppelkapazität C_k = 5000 pF.

Verstärkung einem Impulshöhenanalysator (Isotope Developments Ltd. Type 672) zugeführt, an seinem Ausgang ihre Zahl mit einem Zählratenmesser (Landis und Gyr EMA 2.1) gemessen und mit einem Tintenschreiber (Hartmann und Braun, Kompensograph) registriert. Die Hochspannung für das Zählrohr lieferte ein elektronisch stabilisiertes Netzgerät (Isotope Developments Ltd. Type 532 D).

Die niedrigen Zählrohrimpulse für CuK-Quanten (< 1 mV) erforderten die volle Verstärkung (etwa $8 \cdot 10^4$) des FAIRSTEIN-Verstär-

kers. Beim Aufbau des Spektrometers mußte daher sehr große Sorgfalt auf die Abschirmung der Kabel und die Verlegung einer einwandfreien Erdleitung (Vermeidung jeglicher Schlaufen) verwandt werden.

C. Untersuchungen zum Strahlungsnachweis

1. Die Betriebsbedingungen des Proportionalzählrohres

In das benutzte Proportionalzählrohr IZ 10/P tritt die Strahlung durch ein seitlich angebrachtes Fenster, das mit einer 10 µ dicken Glimmerfolie abgedeckt ist. Als Zählrohr-Füllgas wird 300 mm Hg Xenon mit einem Zusatz von 12 mm Hg Methylal (Formaldehyddimethylacetat $CH_2(OCH_3)_2$) verwendet. Der Strahlungsweg im Zählrohr beträgt 24 mm. Aus diesen Angaben des Herstellers [20] wurde die Nachweisempfindlichkeit des Zählrohres als Funktion der Wellenlänge berechnet, bei CuKα-Strahlung z.B. werden 72 % der einfallenden Quanten registriert.

Der Arbeitsbereich des Zählrohres kann am Verhalten von Impulshöhe und Energieauflösung als Funktion der Zählrohrspannung U_Z erkannt werden. Die mittlere Impulshöhe H hängt im Proportionalbereich exponentiell von U_Z ab [22a] , solange der Einfluß der in der Entladung gebildeten Photonen vernachlässigt werden kann. Ihre mit wachsender Spannung schnell zunehmende Zahl bewirkt eine seitliche Ausbreitung der Entladung im Zählrohr und damit ein stärkeres Anwachsen der mittleren Impulshöhe: Der Übergang zum Auslösebereich setzt ein. Als Maß für die Energieauflösung läßt sich die relative Halbwertsbreite W/H (W Halbwertsbreite der Impulshöhenverteilung mit der mittleren Impulshöhe H) [23] oder die dazu proportionale relative Standardabweichung σ/H [24] benutzen. Diese sind nach einer unveröffentlichten Rechnung von O.R. FRISCH [24] im Proportionalbereich unabhängig von der Gasverstärkung und damit von der Zählrohrspannung.

Der Arbeitsbereich des Zählrohres wurde mit monochromatischer Strahlung experimentell untersucht. Dazu wurde die Strahlung der Röntgenröhre mit einem Silizium-Kristall spektral zerlegt und die CuKα_1 Linie ausgeblendet. In dem hier benutzten Energiebereich der Röntgenstrahlung sind die Impulshöhenverteilungen für monochromatische Strahlung gaußförmig, so daß man die mittlere Impulshöhe und die Halbwertsbreite der differentiellen wie auch der integralen Impuls-

höhenverteilung entnehmen kann. Es ist aber vorteilhaft, den Integraldiskriminator des Impulshöhenanalysators zu benutzen, da dann die statistischen Schwankungen wegen der höheren Zählraten kleiner sind als bei den mit dem Differentialdiskriminator gemessenen Verteilungen. Im Falle der gaußförmigen Impulshöhenverteilung erhält man in der Integralkurve die mittlere Impulshöhe bei $0,5 \cdot N_0$, wobei N_0 die Gesamtzählrate der zur Anzeige gelangenden $K\alpha_1$-Quanten ist. N_0 gibt in der Registrierkurve der integralen Impulshöhenverteilung ein gut ausmeßbares Plateau, solange sich die Impulse der $K\alpha_1$-Quanten deutlich über die Rauschimpulse erheben. Die Halbwertsbreite W ist gegeben durch die Differenz der Impulshöhen bei $0,1195 \cdot N_0$ und $0,8805 \cdot N_0$. Die mittlere Höhe der Zählrohrimpulse U_{Ra} am Arbeitswiderstand ist aus der am Verstärkerausgang und dem Verstärkungsgrad zu errechnen. Die Verstärkung des FAIRSTEIN-Verstärkers wurde mit einem geeichten Stufenabschwächer so eingestellt, daß die Amplituden der verstärkten Impulse kleiner als 50 V waren, da der Diskriminator größere Impulse nicht verarbeiten kann. Die Linearität des Verstärkers ist in diesem Impulshöhenbereich besser als 0,5 %. Das Ergebnis der Messungen ist in den Abbildungen 3 und 4 dargestellt.

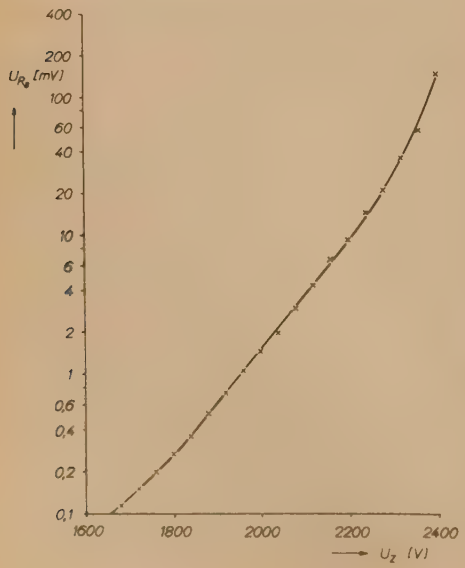

Abb. 3 Mittlere Impulshöhe U_{Ra} am Arbeitswiderstand des Zählrohres IZ 10/P als Funktion der Zählrohrspannung U_Z für CuKα_1-Strahlung.

Bei 2150 V beginnt der Übergang zum Auslösebereich.

Oberhalb U_Z = 2150 V weicht die Impulshöhe des Zählrohres vom exponentiellen Verlauf ab, hier setzt der Übergang zu dem Auslösebereich ein (Abb. 3). Deutlicher prägt sich dieser Übergang im Verhalten der relativen Halbwertsbreite aus (Abb. 4), die oberhalb dieser Spannung sehr schnell größer wird. Bei 2400 V ist die Halbwertsbreite der Verteilung etwa so groß wie die mittlere Impulshöhe. Das Ansteigen der relativen Halbwertsbreite mit wachsender Zählrohrspannung (und damit wachsender Gasverstärkung) wird dadurch verständlich, daß die Elektronenlawinen im Zählrohr so groß werden, daß sie sich gegenseitig beeinflussen können. Dabei wird die Symmetrie der Gaußverteilung gestört, niedrige Impulse werden relativ häufiger als solche, die oberhalb der häufigsten Impulshöhe liegen.

Das Anwachsen der relativen Halbwertsbreite bei kleinen Zählrohrspannungen hat seine Ursache im Rausch des Verstärkers. Der Impulshöhenverteilung der Zählrohrimpulse überlagert sich die Impulshöhenverteilung der Rauschimpulse. Diese Rauschverteilung läßt sich experimentell dadurch bestimmen, daß man als Eingangssignal am Verstärker nicht die Zählrohrimpulse (mit ihrer Verteilung) son-

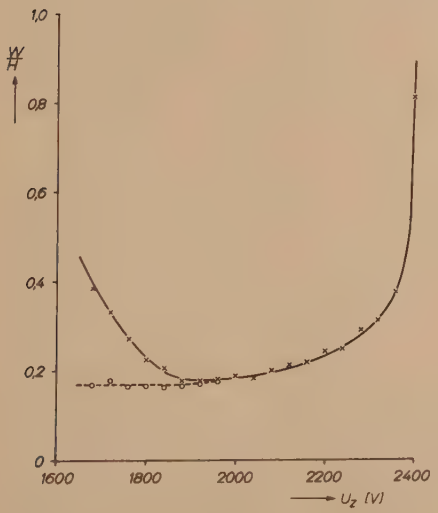

Abb. 4 Relative Halbwertsbreite W/H der Impulshöhenverteilung für CuKα_1-Strahlung als Funktion der Zählrohrspannung U_Z. Proportional-Zählrohr IZ 10/P. Durchgezogene Kurve: Gemessener Verlauf; gestrichelte Kurve: Verlauf der relativen Halbwertsbreite nach Abzug des Einflusses vom Verstärkerrausch. Im Proportionalbereich ist W/H konstant (hier bis etwa 2000 V).

dern Impulse definierter Höhe aus einem Impulsgenerator (Hamner · Hg-Relais Impulsgenerator N 102) verwendet. Dann erhält man am Verstärkerausgang Verteilungen, deren Breite nur von der Rauschverteilung am Eingang abhängt. Bei gleicher Verstärkung und verschiedener Höhe der Testimpulse hatten die Verteilungen gleiche Halbwertsbreite; bei veränderter Verstärkung war die Halbwertsbreite dieser proportional. Auch die Verteilung der Rauschimpulse war in guter Näherung gaußförmig. Ist die mittlere Schwankung der Rauschimpulse σ_R, die der Zählrohrimpulse σ_Z, so ist die mittlere Schwankung der resultierenden Verteilung

$$\sigma = \sqrt{\sigma_Z^2 + \sigma_R^2} \quad . \qquad (1)$$

Die gleiche Beziehung gilt auch für die Halbwertsbreiten W. Der verwendete Verstärker (unter Einschluß des WHITE-Kathodenverstärkers) hatte auf den Eingang bezogen eine mittlere Schwankung der Rauschverteilung von $\sigma_R = 18$ µV, was einer Halbwertsbreite von $W_R = 42$ µV entspricht. Korrigiert man die rauschverfälschten Halbwertsbreiten der Impulshöhenverteilungen, so erhält man im Rahmen der Meßgenauigkeit unterhalb von 1950 V für das verwendete Zählrohr eine konstante relative Halbwertsbreite von etwa 17 % (gestrichelte Kurve in Abb. 4). Dadurch werden die Berechnungen von FRISCH [24] für das Zählrohr IZ 10/P experimentell bestätigt. TROST [20] fand für verschiedene Zählrohre vom Typ IZ 10/P relative Halbwertsbreiten zwischen 11 % und 15 %. Der höhere Wert von 17 % für das in dieser Arbeit verwendete Zählrohr scheint nach der von TROST angegebenen Streuung noch innerhalb der Fertigungstoleranzen zu liegen. Die Ansprechschwelle der verwendeten Meßanordnung lag für CuKα-Quanten bei einer Zählrohrspannung von 1650 V, der von TROST angegebene Wert von 1900 V ist in der geringeren Eingangsempfindlichkeit seines Verstärkers begründet. TROST weist darauf hin, daß bei hohen Impulsfrequenzen der Einfluß der Raumladung im Zählrohr auf die Impulshöhe merklich wird, um so mehr, je größer die Betriebsspannung und damit die Impulshöhe ist. Aus diesem Grunde ist es unter anderem wünschenswert, die Betriebsspannung des Zählrohres so niedrig wie möglich zu wählen.

Nach den vorliegenden Messungen setzt also für das Proportionalzählrohr IZ 10/P der Übergang vom Proportionalbereich zum Auslösebereich bei U_Z = 2150 V ein, wenn der exponentielle Verlauf der mittleren Impulshöhe (Abb. 3) als Kriterium benutzt wird. Nach dem Verlauf der relativen Halbwertsbreite (Abb. 4) wird man jedoch U_Z nicht größer als 2000 V wählen, um sicher im Proportionalbereich zu arbeiten. Der Rausch des Verstärkers verursacht bei U_Z = 1900 V ein Minimum der relativen Halbwertsbreite (Abb. 4), die Wahl dieser Betriebsspannung hätte optimale Energieauflösung zur Folge. Da aus Gründen, die auf Seite 24 diskutiert werden, das Verhältnis Kanalbreite zu mittlerer Impulshöhe der CuKα-Quanten zu 1 : 3 gewählt wurde, war es unnötig, das Proportionalzählrohr unter diesen Bedingungen zu betreiben. Vielmehr wurde aus dem oben angeführten Grunde und um den Löschzusatz des Zählrohres nicht unnötig zu verbrauchen, eine niedrigere Betriebsspannung (1840 V) verwendet.

Für diese Zählrohrspannung wurde die Proportionalität zwischen der Energie E der das Zählrohr treffenden Röntgenquanten und der mittleren Impulsamplitude H für den Bereich der CuK-Strahlung kontrolliert. Neben den Kupferlinien Kα und Kβ stand als radioaktives Präparat Fe^{55} zur Verfügung, welches MnK-Strahlung emittiert. Die Meßwerte sind in Abb. 5 dargestellt.

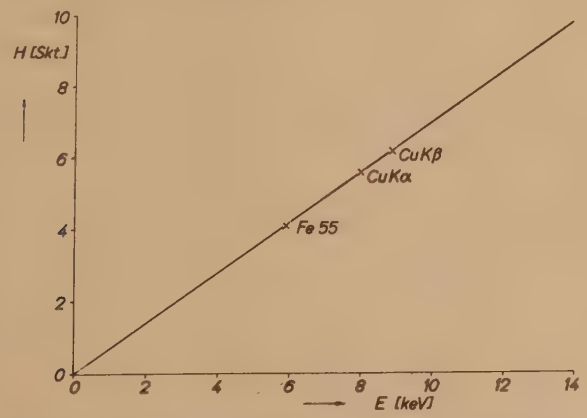

Abb. 5 Mittlere Impulshöhe H der verstärkten Zählrohrimpulse als Funktion der Energie der einfallenden Röntgenquanten.

2. Die Zählverluste

Das Zählrohr wie auch die nachfolgenden elektronischen Elemente können nicht Impulse in beliebig kurzer Aufeinanderfolge registrieren. Es gehen vielmehr Impulse für die Zählung verloren, da nach jedem registrierten Impuls eine bestimmte Zeit τ verstreichen muß, ehe ein folgender registriert werden kann. Läuft diese Totzeit τ des Registrierkreises ab ohne Rücksicht darauf, ob während dieses Zeitintervalles ein Ereignis stattfindet oder nicht, und besitzt die Zahl der pro Zeiteinheit das Zählrohr treffenden Quanten Poisson-Verteilung, so läßt sich die das Zählrohr treffende wahre Impulsrate N_o aus der Totzeit τ und der registrierten Zählrate N berechnen [22b]

$$N_o = \frac{N}{1 - \tau N} \quad . \tag{2}$$

Es sind mehrere Verfahren vorgeschlagen worden ([25] und die dort zitierte Literatur), Zählverluste einer Meßapparatur experimentell zu bestimmen. Hier, wo eine Mikrofokus-Röntgenröhre als Strahlenquelle diente, hat es sich bewährt, zwei voneinander unabhängige Zählrohre mit ihren Registrierkreisen zu vergleichen und so ihre Zählverluste zu ermitteln. Bei fest vorgegebener Geometrie ergab sich unabhängig vom Heizstrom der Röntgenröhre ein festes Verhältnis zwischen der das Vergleichsrohr (Index v) treffenden wahren Zählrate N_{ov} und der das zu prüfende Zählrohr (Index p) treffenden wahren Zählrate N_{op}

$$N_{op} = C \cdot N_{ov} \quad , \tag{3}$$

wobei die Konstante C geometrieabhängig ist. Besteht in beiden Registrierkreisen zwischen der wahren und der gemessenen Zählrate die Beziehung (2), d.h. ist

$$N_{op} = \frac{N_p}{1 - \tau_p N_p} \quad \text{und} \quad N_{ov} = \frac{N_v}{1 - \tau_v N_v} \quad ,$$

so folgt mit (3) nach einfacher Rechnung

$$\frac{N_v}{N_p} = \frac{1}{C} + N_v \cdot \left(\tau_p - \frac{\tau_v}{C} \right) . \tag{4}$$

Das Verhältnis der in beiden Registrierkreisen gemessenen Zählraten N_v/N_p ist eine lineare Funktion der gemessenen Zählrate des Ver-

gleichskreises N_v. Die Konstante C gewinnt man aus dem Ordinatenabschnitt dieser Geraden, der Anstieg hängt von den Totzeiten beider Registrierkreise τ_p und τ_v ab. Zwei unabhängige Meßreihen mit verschiedenem C gestatten es, aus den Anstiegen der Geraden beide Totzeiten τ_p und τ_v zu berechnen. Bei dieser Berechnung können unter Umständen kleine Differenzen auftreten, die die Fehler für τ_p und τ_v groß werden lassen. Kennt man jedoch erst einmal die Größenordnung der Totzeiten, kann man meistens im Experiment die Konstante C durch passende Wahl der Abstände Zählrohr - Strahlenquelle bzw. durch Ausblendung der Zählrohre so wählen, daß τ_v/C gegen τ_p vernachlässigt werden kann. Das bedeutet in Näherung, daß Fehler durch Zählverluste im Vergleichskreis vernachlässigt werden können, daß also $N_{ov} \approx N_v$. Gleichung (4) vereinfacht sich dann zu

$$\frac{N_{ov}}{N_p} = \frac{1}{C} + N_{ov} \cdot \tau_p \qquad (4a)$$

und liefert direkt die Totzeit des Registrierkreises mit dem zu prüfenden Zählrohr aus dem Anstieg der Geraden.

Die experimentellen Untersuchungen der Zählverluste wurden nach dem geschilderten Verfahren durchgeführt. Dabei wurden die sonst verwendeten Zählratenmesser durch zwei Zähler mit einer Auflösezeit besser als 1 /usec (Hamner N 270 und Beckman 7060 H) ersetzt, die beide von einer elektronischen Uhr gemeinsam gesteuert wurden (Hamner N 801). Da nur die Einrichtung für den Betrieb eines Proportionalzählrohres zur Verfügung stand, mußte im Vergleichskreis ein Auslösezählrohr (Krypton-Type der Anton Electronic Laboratories) verwendet werden. Durch die große Totzeit des Auslösezählrohres ($\tau \approx 100$ /usec) mußten die Messungen entsprechend Gleichung (4) ausgewertet werden, die die Korrektur der Zählverluste im Vergleichskreis enthält. In einem Vorversuch wurde zunächst das Proportionalzählrohr als Vergleichszählrohr verwendet und die Totzeit des Auslösezählrohres bestimmt. Sie betrug $\tau = (120 \pm 5)$ /usec, solange die mittlere Impulsfrequenz im Auslösezählrohr 3000 sec^{-1} nicht überstieg. Bei höheren Impulsfrequenzen ergab sich eine Abnahme der Totzeit (vgl. [22c]).

Für das bei den Reflexionsmessungen benutzte Röntgenspektrum und die dabei benutzte Einstellung des Impulshöhenanalysators (Standardbedingungen, vgl. Seite 32) sind die Zählverluste des Proportionalzählrohres in Abb. 6 und Abb. 7 dargestellt. Einen Überblick gibt Abb. 6, in der die gemessenen Zählraten N_p als Funktion der wahren Zählraten N_{op} aufgetragen sind. Dabei wurden die Ergebnisse der

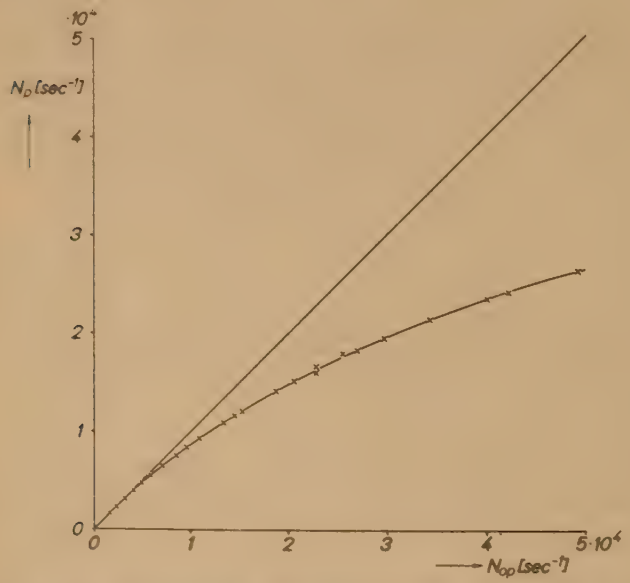

Abb. 6 Zählverluste des Registrierkreises. Gemessene Impulsrate N_p als Funktion der wahren Zählrate N_{op}. Proportionalzählrohr IZ 10/P, Zählung im Impulshöhenintervall $\Delta_{St}H$ des Spektrums der Abb. 9 (Standardbedingungen). Bei $0,1 \cdot 10^4$ sind die Zählverluste schon größer als 1 % vom wahren Wert. Vgl. die Darstellung der Meßwerte entsprechend Gleichung (4a) in Abb. 7.

Auswertung entsprechend Gleichung (4) benutzt, um N_{op} nach Gleichung (2) zu berechnen. Die Gerade in Abb. 6 gilt für den Fall, daß keine Zählverluste auftreten. Ihre Differenz mit der Meßkurve stellt direkt die Zählverluste dar. Für die Meßwerte der Abb. 6 ist in Abb. 7 das Verhältnis der Zählrate des Auslösezählrohres N_{ov} zur Zählrate des Proportionalzählrohres N_p als Funktion von N_{ov} entsprechend Glei-

chung (4a) aufgetragen (die das Proportionalzählrohr treffende wahre Zählrate N_{op} ist auf der Abszisse zum Vergleich angegeben). Die Meßwerte stammen aus vier unabhängigen Meßreihen mit verschiedenem C. Zur gemeinsamen Darstellung nach (4a) wurde N_{ov} durch Korrektur nach Gleichung (2) aus den gemessenen Werten N_v gewonnen und die einzelnen Meßreihen auf gleiches C normiert. Die mittlere Impulsrate des Vergleichskreises mit Auslösezählrohr war immer kleiner als 700 sec^{-1}, so daß die Korrektur 8 % vom Meßwert nicht überstieg.

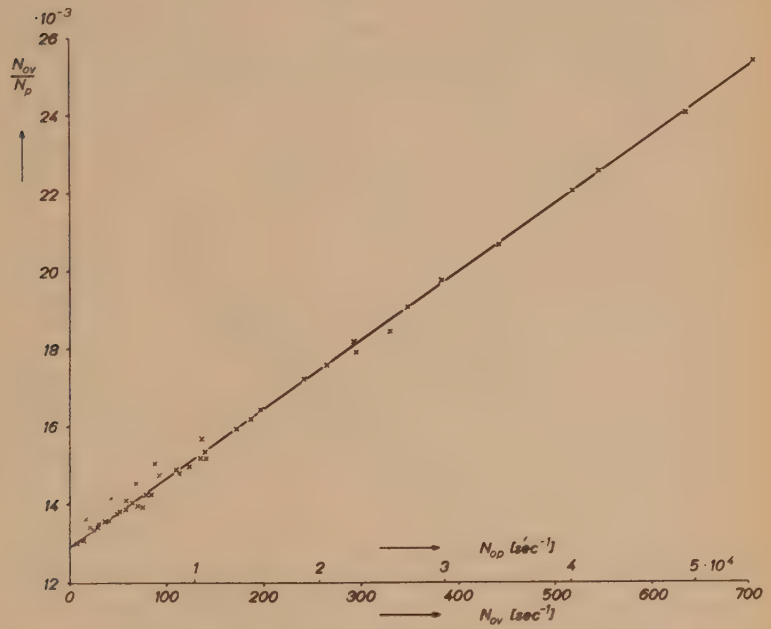

Abb. 7 Zählverluste des Registrierkreises. Darstellung der Meßwerte der Abb. 6 nach Gleichung (4a). N_{ov} wahre Zählrate des Vergleichszählrohres (hier Auslösezählrohr), N_p gemessene Zählrate des zu prüfenden Zählrohres (IZ 10/P). Zum Vergleich ist auf der Abszisse die das Proportionalzählrohr treffende wahre Zählrate N_{op} eingetragen. Aus dem Anstieg folgt für die Totzeit des Proportionalzählrohres bei Standardbedingungen $\tau_p = 17,5$ usec. τ_p ist im ganzen Bereich unabhängig von der auf das Zählrohr treffenden Zählrate.

Die Meßpunkte der Abb. 7 lassen sich gut durch eine Gerade approximieren, so daß die Voraussetzungen der Gleichung (2) bzw. (4) als erfüllt angesehen werden können. Aus dem Anstieg der Geraden

erhält man für den Betrieb des Proportionalzählrohres unter Standardbedingungen (Seite 32) einen über den ganzen Bereich konstanten Wert $\tau_p = 17,5$ /usec $\pm$ 1 %. Bei den gewählten Bedingungen dürfen mehr als 600 Impulse pro Sekunde nicht gezählt werden, wenn die Korrektur der Zählverluste 1 % nicht übersteigen soll.

Orientierende Messungen der Totzeit τ bei verschiedener Kanallage des Einkanal-Impulshöhenanalysators im Impulshöhenspektrum der Röntgenstrahlung lieferten verschiedene Werte für τ. Die wesentliche Aufgabe des Proportionalzählrohres bestand in der vorliegenden Arbeit darin, die CuKα-Strahlung der Röntgenröhre so selektiv nachzuweisen, daß der Einfluß der Bremsstrahlung vernachlässigbar ist. Diese Aufgabe wird um so besser erfüllt, je schmaler die Kanalbreite am Impulshöhen-Analysator gewählt wird. Damit gewann die Frage an Bedeutung, inwieweit die Totzeit τ von der gewählten Kanalbreite abhängig ist.

Bei festem Spektrum der Röntgenröhre (vgl. Abb. 9) wurde die Lage des Kanals so gewählt, daß sich ein Maximum der Zählrate ergab, mit anderen Worten, der Kanal lag symmetrisch zur festen, mittleren Impulshöhe H der CuKα-Quanten. Als Diskriminator wurde für diese Versuche der von FAIRSTEIN [21b] beschriebene Impulshöhen-Analysator (Nuclear Enterprises NE 5102) benutzt, da bei ihm die Kanalbreite kontinuierlich einstellbar war. Die Abb. 8 zeigt für zwei unabhängige Meßreihen ein starkes Anwachsen der Totzeit τ_k mit kleiner werdender relativer Kanalbreite $\Delta H/H$. Auch TROST [20] gibt für Messungen mit CuKα-Strahlung prozentuale Zählverluste an, wonach die Totzeit τ_k mit abnehmender Kanalbreite anwächst. Dieses Verhalten läßt sich durch folgende Überlegung erklären:

Wir wollen voraussetzen, daß

a) jeder gezählte Impuls unabhängig von seiner Form, insbesondere seiner Höhe den Registrierkreis für eine bestimmte Totzeit τ_i inaktiv macht und

b) daß die Impulse unabhängig davon, welches Impulshöhenintervall betrachtet wird, statistisch auftreten.

Die Wahrscheinlichkeit p, der Zählung verloren zu gehen, ist dann bei fest vorgegebener Zählrate für jeden Impuls gleich, so daß die Zahl

der pro Zeiteinheit verlorengehenden Impulse proportional zur wahren Zählrate N_{ok} im Impulshöhenintervall (Kanal) ist, also

$$N_{ok} - N_k = N_{ok} \cdot p \quad , \tag{5}$$

wobei N_k die gemessene Zählrate im Kanal ist. Da p konstant ist, folgt

$$\frac{N_{ok} - N_k}{N_{ok}} = \text{const.} \quad , \tag{6}$$

d.h. die relativen Zählverluste sind - bei vorgegebener integraler Zählrate - unabhängig von der gewählten Kanallage und -breite. Solange also Zählverluste im Kanal durch die Statistik bedingt werden, bleibt das relative Impulshöhenspektrum von den Zählverlusten unbeeinflußt.

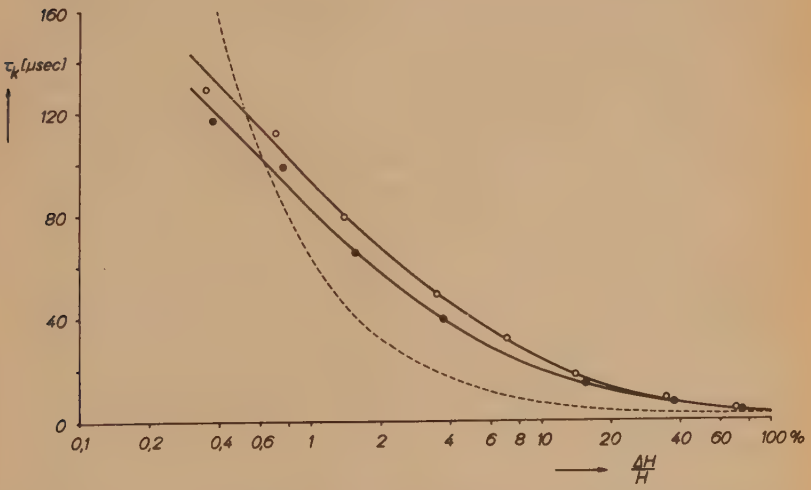

Abb. 8 Totzeit τ_k des Registrierkreises als Funktion der relativen Kanalbreite $\Delta H/H$ bei fester mittlerer Impulshöhe (5,50 Skt.) für das Impulshöhenspektrum der Abb. 9. Zwei unabhängige Meßreihen; gestrichelt der zu erwartende Verlauf, wenn die Zunahme von τ_k bei Messungen im Kanal nur durch die Zählstatistik verursacht wird.

Wählt man den Kanal so, daß alle (integral) auftreffenden Impulse registriert werden (Index i), so folgt

$$\frac{N_{ok} - N_k}{N_{ok}} = \frac{N_{oi} - N_i}{N_{oi}} \quad , \tag{6a}$$

oder, wenn man nach Gleichung (2) die relativen Zählverluste berechnet,

$$N_k \cdot \tau_k = N_i \cdot \tau_i \quad . \qquad (7)$$

Gleichung (7) bedeutet, daß die in die Formel (2) für die Korrektur der Zählverluste im Kanal formal einzusetzende Totzeit τ_k abhängt vom Verhältnis der im Kanal gemessenen Zählrate N_k zur gesamten (integralen) Zählrate N_i.

In die Abb. 8 ist gestrichelt der Verlauf von τ_k eingetragen, wie er sich nach Gleichung (7) für das benutzte Spektrum ergibt. Qualitativ wird der gemessene Verlauf wiedergegeben. Die Abweichungen sind darauf zurückzuführen, daß ein Teil der Zählverluste im Kanal dadurch zustande kommt, daß die Impulshöhe im Impulshöhenanalysator verfälscht wird. In diesem Fall bleibt - wie experimentell auch bestätigt wurde - das relative Impulshöhenspektrum nicht von der Gesamtimpulsrate N_{oi} unbeeinflußt.

Das in Abb. 8 dargestellte Verhalten ist von Bedeutung für die erreichbare Monochromasie der bei den Reflexionsmessungen nachgewiesenen Strahlung: Will man das Reflexionsvermögen eines Spiegels in etwa 30 Minuten messen - was wegen der Stabilität der Röhre und eventueller Veränderungen der Aufdampfschicht wünschenswert ist - muß man die Zeitkonstante des Zählratenmessers in der Größenordnung einiger Sekunden wählen. Sollen die statistischen Schwankungen bei der Registrierung 2 % nicht überschreiten, benötigt man Stoßzahlen von etwa 10^3 sec^{-1}. Verlangt man dabei, daß Korrekturen der Zählverluste die statistischen Schwankungen nicht übersteigen, so darf τ nicht größer sein als etwa 10 µsec, was nach Abb. 8 ein $\Delta H/H$ von 25 % bedingt.

Das Proportionalzählrohr mit Impulshöhenanalysator reicht allein nicht immer aus, Strahlung in einem vorgegebenen Energiebereich aus dem Spektrum einer Röntgenröhre selektiv nachzuweisen, wenn hohe Zählraten bei möglichst geringen Zählverlusten erforderlich sind. Durch geeignete Betriebsbedingungen der Röntgenröhre und durch Vorfilterung muß man zu erreichen versuchen, daß möglichst die gesamte

Strahlung, die das Proportionalzählrohr trifft, "nutzbare" Strahlung ist. In der verwendeten Anordnung wurde ein 13,9 /u dickes Nickelfilter benutzt, um den Anteil der CuKß-Strahlung und den des kurzwelligen Kontinuums klein zu halten.

3. Das Impulshöhenspektrum der Röntgenstrahlung

Das Spektrum der Röntgenstrahlung setzt sich aus zwei Anteilen zusammen: Der charakteristischen Strahlung der Antikathode und dem Kontinuum der Bremsstrahlung. Eine optimale Ausbeute an charakteristischer Strahlung erhält man nach A. GUINIER [26] , wenn die Energie der Elektronen etwa das Vierfache der Anregungsenergie der charakteristischen K-Strahlung beträgt. Die Röntgenröhre wurde daher mit einer Anodenspannung von 37 kV betrieben (CuK-Kante 8,98 keV). Das nachgewiesene Impulshöhenspektrum wird bestimmt durch das erzeugte Röntgenspektrum, durch die im Strahlengang verwendeten Filter (Eigenfilterung der Cu-Membran-Antikathode, Luftabsorption, Nickelfilter), die Wellenlängenabhängigkeit der Zählrohrempfindlichkeit und schließlich durch die Energieauflösung des Zählrohres.

In der Abb. 9 sind drei Impulshöhenspektren als Funktion der Impulshöhe H aufgetragen. Es bedeutet N_H die Zählrate/Kanalbreite, ΔH die benutzte Kanalbreite (hier 0,1 Skt. = 0,5 V). Die durchgezogene Kurve gibt das gemessene Impulshöhenspektrum der Röntgenröhre. Um einen Überblick zu gewinnen, wie sich die Impulse auf die verschiedenen Anteile verteilen, ist das berechnete Impulshöhenspektrum der Bremsstrahlung (vgl. S. 27) gestrichelt eingezeichnet. Die Normierung dieser Verteilung wurde so vorgenommen, daß für H > 8 Skt. mit der gemessenen Verteilung Übereinstimmung besteht. Außerdem ist die Summe der Bremsstrahl-Verteilung und der für monochromatische CuKα-Strahlung gemessenen strichpunktiert eingezeichnet. Letztere wurde so normiert, daß ihre Summe mit der Bremsstrahl-Verteilung im Maximum mit der gemessenen Gesamtverteilung übereinstimmt. Schließlich ist in Abb. 9 durch senkrechte Striche die Kanallage des Impulshöhenanalysators $\Delta_{St}H$, die bei den Reflexionsmessun-

gen benutzt wurde (Standardbedingungen), eingezeichnet. Das Impulshöhenspektrum ist im wesentlichen durch die Gaußverteilung der CuKα-Quanten bestimmt, der verhältnismäßig hohe Anteil an Bremsstrahlung stört dies wenig. Der Fuß der Verteilung ist auf beiden Seiten etwas angehoben. Auf der einen Seite macht sich der Restanteil der

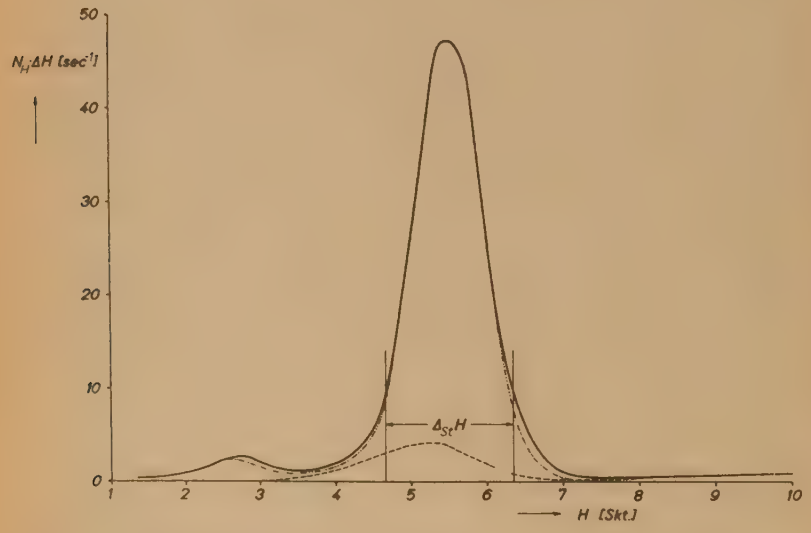

Abb. 9 Impulshöhenspektrum der Mikrofokus-Röntgenröhre bei 37 kV Anodenspannung. Nachweis mit Proportionalzählrohr IZ 10/P, Filterung der Strahlung durch Cu-Membran-Antikathode, Luft und Ni-Folie. N_H Zählrate/Kanalbreite, ΔH Kanalbreite des Impulshöhenanalysators (hier 0,1 Skt. = 0,5 V), H Impulshöhe. $\Delta_{St}H$ ist die bei den Reflexionsmessungen benutzte Kanalbreite (Standardbedingungen).
———— gemessene Impulshöhenverteilung,
– – – – – – – – – berechnete Impulshöhenverteilung für die Bremsstrahlung, Übereinstimmung für H > 8 Skt. mit gemessener Kurve durch passende Normierung,
—·—·—·—·— Summe der Impulshöhenverteilungen von Bremsstrahlung und von CuKα (gemessen). Normierung der CuKα-Verteilung so, daß im Maximum Übereinstimmung mit gemessener Verteilung besteht.

CuKß-Strahlung bemerkbar, auf der anderen wird die Verteilung von der XeL-Escape-Strahlung der Bremsstrahlung leicht angehoben. Durch

Planimetrieren der Flächen innerhalb der für die Reflexionsmessungen benutzten Kanalbreite $\Delta_{St}H$ erhält man für die verschiedenen Strahlungsanteile folgende Zusammensetzung:

CuK $\alpha_{1,2}$ 89,5 %, CuKß 0,6 %, Bremsstrahlung 9,9 %.

Die Bremsstrahlung liefert einen recht großen Beitrag zur Strahlung, die bei den Reflexionsmessungen nachgewiesen wird. Da sie etwa gleiche Energie besitzt wie die CuKα-Strahlung, ist eine merkbare Veränderung des Verhältnisses sowohl durch Filter als auch durch Verringerung der Kanalbreite des Impulshöhenanalysators nicht möglich. Der Einfluß der Bremsstrahlung auf die Messungen des Reflexionsvermögen wird auf Seite 45 diskutiert.

Zur Berechnung der durch die Bremsstrahlung bewirkten Impulshöhenverteilung wurde die von H. KULENKAMPFF [27] angegebene Formel benutzt

$$I_\nu = C \cdot Z \cdot \left\{ (\nu_0 - \nu) + Z \cdot b \right\} , \quad (8)$$

I_ν $\frac{\text{Intensität der Bremsstrahlung}}{\text{Frequenzintervall Eins}}$, Z Ordnungszahl des Antikathodenmaterials, ν Frequenz der Strahlung, C und b zwei von ν und Z unabhängige Konstanten. Ersetzt man die Frequenz durch die zu ihr proportionale Impulshöhe H, so erhält man

$$I_H = C' \cdot Z \cdot \left\{ (H_c - H) + Z \cdot b' \right\} . \quad (8a)$$

Zur Vereinfachung wurde b' = 0 gesetzt, da es auf große Genauigkeit in der Nähe der kurzwelligen Grenze des Spektrums nicht ankam. C' · Z wurde so gewählt, daß der Verlauf des berechneten Impulshöhenspektrums mit dem experimentellen für H > 8 Skt. (40 V, vgl. Abb. 9) übereinstimmte, dort also, wo die Verteilung der CuKα-Quanten die Verteilung nicht mehr beeinflußt. Weiter wurde zur Vereinfachung angenommen, daß die Bremsstrahlung in der Antikathode in einer Tiefe entsteht, die klein ist gegen die Foliendicke, d.h. die Abhängigkeit der Elektronenenergie von der Eindringtiefe wurde nicht berücksichtigt. Die Schwächung in der Cu-Membran-Antikathode (13,0 μ), in Luft (496,4 mm) und in der Ni-Folie (13,9 μ) wurde gemäß

$$I = I_0 \cdot e^{-\mu \cdot d} \quad (9)$$

berücksichtigt, worin μ der Schwächungskoeffizient und d die Absorberdicke ist. Die Umrechnung des Intensitätsspektrums in ein Quantenspektrum erfolgte nach

$$Q_H = \text{const.} \cdot \frac{I_H}{H} \quad . \tag{10}$$

Das Quantenspektrum ist schließlich noch umzurechnen in ein Impulshöhenspektrum. Dazu ist zu bedenken, daß monoenergetische Quanten eine in guter Näherung gaußförmige Impulshöhenverteilung liefern, deren mittlere Schwankung σ vom Energieauflösungsvermögen des Proportionalzählrohres abhängt. Quanten der Impulshöhe $\overline{H}$ liefern eine Verteilung

$$W_H = \frac{Q_{\overline{H}}}{\sigma\sqrt{2\pi}} \cdot e^{-\frac{(H-\overline{H})^2}{2\sigma^2}} \quad . \tag{11}$$

Die mittlere Schwankung σ setzt sich aus zwei Anteilen zusammen: Der durch den Verstärkerrausch verursachten Streuung σ_R und der durch das Zählrohr verursachten Streuung σ_Z (vgl. Seite 15). σ_Z hängt von der Energie der einfallenden Quanten und damit von der Impulshöhe ab [24]. Mit einer experimentell zu bestimmenden Konstanten a ist

$$\sigma_Z = a \cdot \sqrt{\overline{H}} \quad , \tag{12}$$

also

$$\sigma^2 = \sigma_R^2 + a^2 \cdot \overline{H} \quad . \tag{13}$$

Das Quantenspektrum Q_H geht in das Impulshöhenspektrum N_H über, wenn man für jede Impulshöhe $\overline{H}$ die Verteilung nach Gleichung (11) berechnet und diese Verteilungen dann aufintegriert, wenn man also $Q_{\overline{H}}$ mit der Gaußfunktion faltet

$$N_H = \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{Q_{\overline{H}}}{\sigma(\overline{H})\cdot\sqrt{2\pi}} \cdot e^{-\frac{(H-\overline{H})^2}{2\sigma^2(\overline{H})}} \cdot d\overline{H} \quad . \tag{14}$$

Das berechnete Quantenspektrum Q_H wie das Impulshöhenspektrum N_H der Bremsstrahlung sind in Abb. 10 dargestellt. Die Normierung wurde, wie schon gesagt, so vorgenommen, daß die Kurven den experimentellen Bedingungen der Abb. 9 entsprechen. Beide Spektren un-

terscheiden sich nur im Bereich der Absorptionskanten von Kupfer und Nickel; durch das verhältnismäßig geringe Energieauflösungsvermögen des Proportionalzählrohres werden die Sprünge an den Kanten verschmiert.

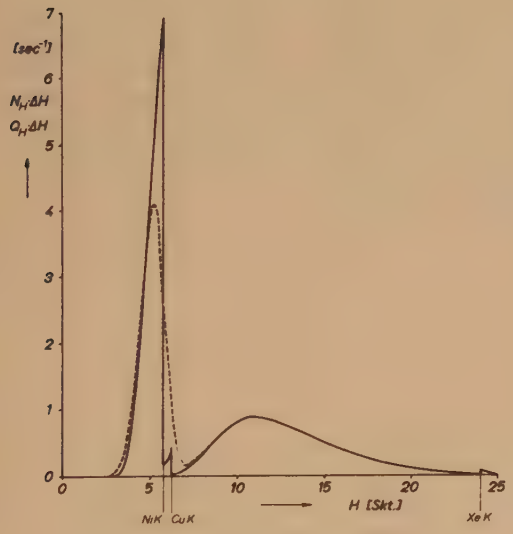

Abb. 10 Der Nachweis der Bremsstrahlung mit Proportionalzählrohr IZ 10/P, berechnet für die experimentellen Bedingungen der Abb. 9.
———— $Q_H \cdot \Delta H$ Zählrate der im Zählrohr zur Anzeige gelangenden Quanten im Kanal ΔH. Ihre Energie ist durch ihre Impulshöhe H ausgedrückt.
– – – – – – – $N_H \cdot \Delta H$ Zählrate der vom Zählrohr erzeugten Impulse im Kanal ΔH (Berücksichtigung des endlichen Energie-Auflösungsvermögens des Zählrohres).

4. Abhängigkeit der Zählrohranzeige von der Einfallsrichtung der Röntgenstrahlung

Die kleinen Einfallsglanzwinkel, unter denen für Kupfereigenstrahlung noch merkliche Reflexion stattfindet, bewirken, daß Messungen des Reflexionsvermögens nur in einem kleinen Winkelbereich erforderlich sind. Dies ließ es wegen der einfacheren mechanischen Herstellung zweckmäßig erscheinen, eine lineare Zählrohrverschiebung zu verwenden. Dies bedingt jedoch, daß die Röntgenstrahlung unter verschiedenen Winkeln den Spalt passiert und in das Zählrohr eintritt.

Es ist zu untersuchen, ob eine dadurch bedingte Änderung der Zählrate hinreichend klein ist, um die Messungen des Reflexionsvermögens nicht zu beeinflussen. Ursachen hierfür sind eine Änderung des Absorptionsweges im Zählrohr als Funktion des Einfallswinkels, eine Abhängigkeit der Impulshöhe vom Ort, an dem die Strahlung ionisiert (wodurch unter Umständen ein Teil der Impulse nicht mehr in den Kanal des Impulshöhenanalysators fällt) und in einer schlechten Ausbildung der Spaltbacken, so daß die wirksame Spaltöffnung vom Einfallswinkel abhängt. Es wurde darauf verzichtet, die einzelnen Einflüsse gesondert zu untersuchen. Für die hier in Frage kommenden Winkelbereiche ist die Strahlung der Röntgenröhre als isotrop anzusehen,

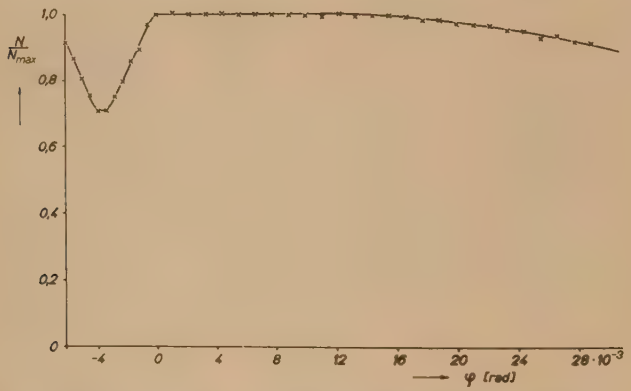

Abb. 11 Relative Zählrate des Proportionalzählrohres IZ 10/P als Funktion des Einfallswinkels φ der Röntgenstrahlung. Betrieb des Zählrohres bei Standardbedingungen, $\varphi = 0$ willkürlich festgelegt. Im Minimum bei $\varphi = -3 \cdot 10^{-3}$ trifft die Strahlung auf den Draht des Zählrohres. Der Winkelbereich des Plateaus (etwa $20 \cdot 10^{-3}$ rad) ist groß genug, um Messungen des Reflexionsvermögens von Glas und Al ohne Korrektionen durchführen zu können.

so daß eine Registrierung der Zählraten bei lateraler Verschiebung des Zählrohres die gewünschte Auskunft gibt. Röntgenröhre und Zählrohr wurden unter Standardbedingungen (Seite 32) betrieben. In der Abb. 11 sind die Ergebnisse der Messungen aufgetragen. Die relative Zählrate ist als Funktion des Winkels dargestellt, den die einfallende Röntgenstrahlung mit der Spaltnormalen bildet. Der Nullpunkt der

Skala ist so gelegt, daß er mit dem Beginn des Plateaus zusammenfällt. Große Änderungen ergeben sich, wenn der Röntgenstrahl den Zählrohrdraht trifft. Daran schließt sich ein Bereich guter Konstanz, der so groß ist, daß Reflexionsmessungen ohne Korrekturen möglich sind. Größere Einfallswinkel bedingen dann ein allmähliches Abfallen der Zählrate.

D. Das Reflexionsvermögen von Glas BK 7

Das Reflexionsvermögen $\varrho^2(i)$ einer Grenzfläche ist gegeben durch das Verhältnis der von der Grenzfläche reflektierten Intensität I zu der unter dem Glanzwinkel i auftretenden I_0. Bei monochromatischer Strahlung ist I proportional zu N, der Zählrate ($\frac{\text{Zahl der Quanten}}{\text{Zeit}}$), es ist also

$$\varrho^2(i) = \frac{I}{I_0} = \frac{N}{N_0} \quad . \qquad (15)$$

N wird im reflektierten Strahl als Funktion des Einfallsglanzwinkels i gemessen (vgl. Abb. 13 auf Seite 37), N_0 erhält man im direkten, am Spiegel vorbeigehenden Röntgenstrahl.

1. Zusammenstellung der Versuchsbedingungen

Die Messung aller Reflexionskurven wurde bei festen Versuchsbedingungen vorgenommen. Zur besseren Übersicht sind sie im folgenden zusammengestellt:

a) Röntgenröhre
Anodenspannung 37 kV bei Gleichrichtung in Graetz-Schaltung,
Welligkeit $\Delta U/2U < 2 \cdot 10^{-5}$,
Emissionsstrom der Haarnadelkathode 50 - 60 µA,
Strom im Brennfleck 25 - 30 µA,
Mikrofokus auf 13,0 µ Kupfer-Membran-Antikathode,
Strahlungsdichte Gaußverteilung, Halbwertsbreite 3,8 µ.

b) Zählrohr und Impulshöhenanalysator
Proportionalzählrohr IZ 10/P mit Glimmerfenster,
Füllgas Xenon, Zählrohrspannung U_Z = 1840 V,
Verstärker nach FAIRSTEIN, maximale Verstärkung $8 \cdot 10^4$,
Impulshöhenanalysator
unterer Schwellwert 24,9 V,
oberer Schwellwert 34,0 V,
Kanalbreite 9,05 V (Schaltstellung 10 V),

Mittlere Impulshöhe der CuKα -Quanten 29,4 V,
Zählratenmesser Zeitkonstante 1 bzw. 5 sec.,
Nickel-Folie 13,9 μ zur Absorption von CuKß 20 mm vor dem Zählrohrspalt,
Lateraler Vorschub des Zählrohres mit Synchronmotor und Wechselgetriebe 100 $\mu \cdot min^{-1}$,
Zählrohrspalt 5 - 10 μ (Zählrate < 1200 sec^{-1}).

c) Geometrie
Größe der Spiegel (Bor-Kron-Glas BK 7) 20·20·5 mm^3,
Abstände
Brennfleck - Zählrohrspalt 448,6 mm
Brennfleck - fokus-abgewandte Spiegelkante 25 - 27 mm
Brennfleck - fokus-zugewandte Spiegelkante 5 - 7 mm
(je nach Kittung des Spiegels am Halter).

2. Die Justierung der Meßapparatur

Die gesamte Apparatur wurde mindestens 2 Stunden vor der Messung der Reflexionskurven in Betrieb gesetzt, um Drifterscheinungen möglichst gering zu halten. Die Brennfleck-Einstellung der Röntgenröhre wurde vor der Messung durch Schattenprojektion eines Ag-Maschengitters (Stegbreite 3 μ, Stegperiode 17 μ) auf einem Leuchtschirm kontrolliert. Die Spiegelhalterung mit dem aufgekitteten Glasspiegel (BK 7, Schott u. Gen. Mainz, Quader 20·20·5 mm^3, reflektierende Fläche optisch poliert mit einer Ebenheit von $\lambda/10$ der grünen Hg-Linie über die ganze Fläche) wurde auf der optischen Bank so dicht an den Röntgenbrennfleck herangeschoben, wie es der Aufbau der Magnetlinse zuließ und unter Beobachtung der Schattenprojektion auf dem Leuchtschirm die Winkellage des Spiegels so eingestellt, daß der am Spiegel totalreflektierte Strahl gut sichtbar war. Hierbei war zu beachten, daß der reflektierte Strahl das Zählrohr unter Winkeln trifft, wo die Zählrohranzeige von diesen unabhängig ist (vgl. Abb. 11). Justiermarken auf dem Leuchtschirm leisteten dabei gute Dienste.

Darauf wurde die Kantenblende ((8a) in Abb. 1) so weit an den Spiegel herangebracht, daß sie die am Spiegel vorbeigehende Röntgenstrahlung im Bereich des totalreflektierten Strahles sicher abschattet. Die Kantenblende muß parallel zur Spiegeloberfläche stehen und sich möglichst weit ab vom Brennfleck befinden, ohne jedoch die reflektierte Strahlung abzuschatten. Es kommt nämlich darauf an, ihre vom Zählrohr registrierte Kantenunschärfe möglichst klein zu halten, da diese die im direkten Strahl gemessene Zählrate u. U. (wenn der Durchlaßbereich zu schmal ist) verfälscht. Die Parallelität der Kantenblende zur Spiegeloberfläche ließ sich ein für alle mal einstellen, da die Kittung der Spiegel an der Halterung hierfür hinreichend reproduzierbar war.

Die Ausrichtung des Zählrohrspaltes parallel zur Spiegeloberfläche mußte unmittelbar vor der Reflexionsmessung erfolgen, da alle Justierarbeiten diese kritische Einstellung beeinflußten. Nur die Feineinstellung der Winkellage konnte man auch hinterher betätigen, ohne die Ausrichtung zu stören. Als Kriterien eignen sich die registrierte Kantenunschärfe und - sofern der Spiegel mit einer Aufdampfschicht versehen ist - die Wiedergabe der Reflexionsextrema. Die mit dem Zählrohr registrierte Kantenunschärfe hängt von dem Winkel ϕ ab, den Spalt und Spiegelebene miteinander bilden, Parallelstellung wird durch ein Minimum der Unschärfe angezeigt. Für diese Justierung eignet sich nur die fokusabgewandte Kante, da die andere wegen der hier benutzten Geometrie fünfmal größere Unschärfen mit entsprechender Herabsetzung der Empfindlichkeit gab. Die Güte der Ausrichtung nach den Interferenzlinien wurde an dem Verhältnis N_{max}/N_{min} der Zählraten einer Interferenzordnung beurteilt. Dieses Verhältnis reagiert so empfindlich auf Änderungen von ϕ, daß eine quantitative Auswertung (wie bei der Kantenunschärfe) nicht erforderlich ist, sondern allein die qualitative Beurteilung des Registrierstreifens hinreichend genaue Einstellungen der Spaltspindel liefert. Dies verkürzt wesentlich den Zeitaufwand für die Justierung, der bei den Al-Aufdampfschichten wegen ihrer Oxydation so niedrig wie möglich gehalten werden muß.

In Abb. 12 ist ein Beispiel einer Spiegeljustierung wiedergegeben. Als Funktion des Winkels ϕ zwischen Zählrohrspalt und Spiegeloberfläche ist die scheinbare Kantenunschärfe U und das Verhältnis der Zählraten im Maximum und Minimum einer Interferenzordnung, N_{max}/N_{min}, aufgetragen. In Abb. 12 ist dieses Verhältnis für eine 1000 Å dicke Schicht für die ersten vier Interferenzordnungen dargestellt. $N_{max}/N_{min} = 1$ bedeutet, daß Extrema im Reflexionsvermögen nicht mehr zu erkennen sind.

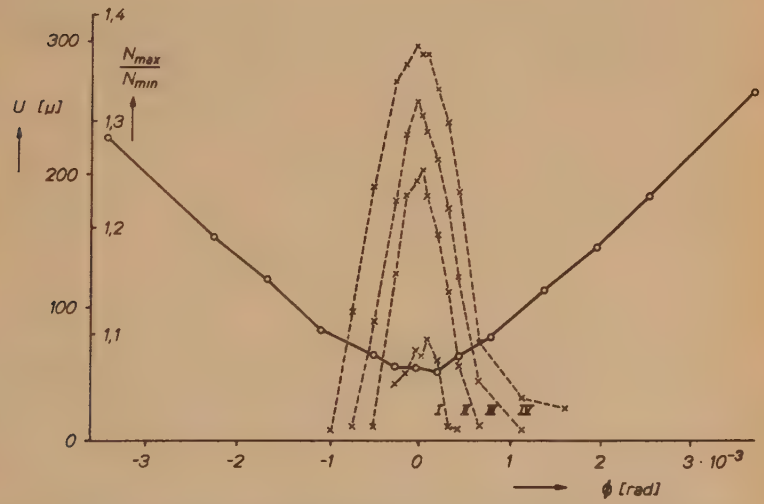

Abb. 12 Justierung des Zählrohrspaltes parallel zur Spiegeloberfläche. Scheinbare Unschärfe U der fokusabgewandten Spiegelkante (————) und Zählratenverhältnis N_{max}/N_{min} der Extrema verschiedener Interferenzordnungen (I, II, III, IV) einer 1000 Å-Aluminium-Aufdampfschicht (--------) als Funktion des Winkels ϕ zwischen Spalt und Spiegeloberfläche. Parallelstellung wird durch ein Minimum von U bzw. ein Maximum von N_{max}/N_{min} angezeigt.

3. Die Messung des Reflexionsvermögens

Unmittelbar an die Justierung schloß sich die Registrierung des Reflexionsvermögens des Spiegels an. Die Ausmessung einer Kurve dauerte je nach Winkelbereich 30 - 60 Minuten, so daß in fast allen Fällen die Messungen auf konstantes N_0 (d.h. auf konstante Emission der Röntgenröhre) korrigiert werden mußten. Der zeitliche Verlauf wurde mit festem Auslösezählrohr ((12) in Abb. 1, Zählrate etwa 300 sec^{-1}) registriert.

Die Messung der Einfallsglanzwinkel i macht keinerlei Schwierigkeiten bei der Verwendung divergenter Röntgenstrahlung. Aus der Geometrie der Meßanordnung folgt nach Abb. 13 (vgl. [16])

$$e = c \cdot \frac{a}{b}\,; \quad \operatorname{tg} i = \frac{y_i - c/2}{b + x} = \frac{e/2}{a - x}\,, \tag{16}$$

so daß man für den Einfallsglanzwinkel i erhält

$$i \approx \operatorname{tg} i = \frac{2 \cdot y_i - c \cdot (1 - a/b)}{2 \cdot (a + b)}\,. \tag{17}$$

Die Tatsache, daß der Verlauf der Kantenunschärfe bei Messungen mit dem Zählrohr quantitativ erfaßt wird, führt zu einer Verminderung der dem Verfahren anhaftenden systematischen Fehler (vgl. W. HINK und W. PETZOLD [17]). Die Reproduzierbarkeit der Winkelmessung, die vor allem an der Lage der Interferenzextrema der Al-Aufdampfschichten bei voneinander unabhängigen Registrierungen geprüft werden konnte, ist besser als 0,5 %.

Jeder Ort der Spiegeloberfläche ist einem bestimmten Einfallsglanzwinkel zugeordnet. Liegen diese für die Strahlung, die in der Nähe der fokus-abgewandten Spiegelkante reflektiert wird und damit in den Kanten-Unschärfebereich fällt, nahe dem Grenzwinkel der Totalreflexion, werden die Glanzwinkel i systematisch falsch gemessen, wenn die Lage der Kante dadurch festgelegt wird, daß dort die Zählrate auf 50 % abgenommen hat. Die Abb. 14 soll dies deutlich machen: Wegen der Strahlungsdichte-Verteilung im Brennfleck gibt die Registrierung der Kantenunschärfe in Projektion eine Gaußsche Integralkurve. Der gleiche Verlauf ergibt sich für die Unschärfe in Reflexion, wenn das Reflexions-

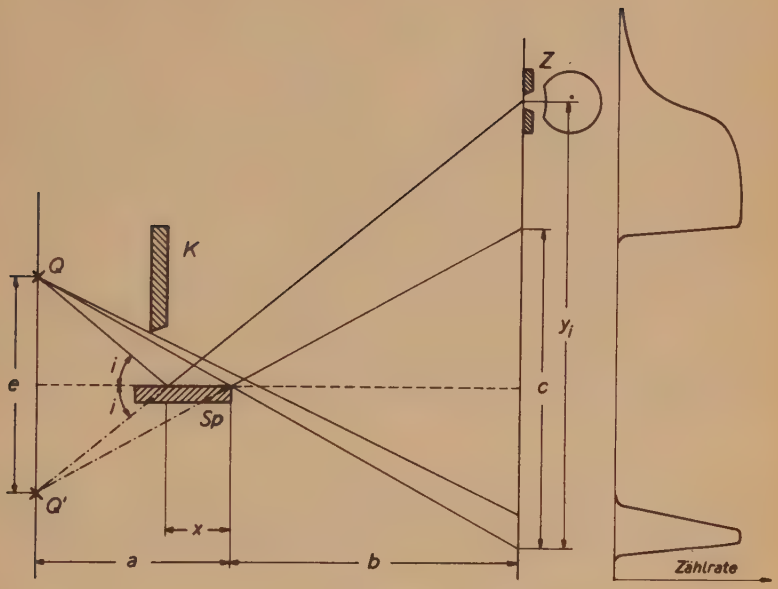

Abb. 13 Zur Messung der Einfallsglanzwinkel i. Q Röntgenlichtquelle, Q' Spiegelbild der Lichtquelle, Sp Spiegel (gegebenenfalls mit Aufdampfschicht), K Kantenblende, Z Zählrohr mit Spalt, a Abstand der Spiegelkante von der Ebene Lichtquelle - Spiegelbild, b Abstand der Spiegelkante von der Ebene des Zählrohrspaltes, c Abstand der Projektionen der Spiegelkante, y_i Abstand des Auftreffpunktes der unter dem Glanzwinkel i reflektierten Strahlung von der Projektion der Spiegelkante in der Spaltebene. Schematische Darstellung der Registrierung einer Reflexionskurve.

vermögen der Spiegeloberfläche in der Nähe der Kante nicht vom Einfallsglanzwinkel abhängt (ρ^2 = const.). Diese Kurven sind in Abb. 14 gestrichelt eingetragen, die Zählrate ist auf Vollausschlag = 1 normiert, die Lateralverschiebung des Zählrohres wird durch die Koordinate y_i (vgl. Abb. 13) bezeichnet. Das geometrische y_i der Spiegelkante findet man bei $N/N_0 = 0,5$. Durch die Winkelabhängigkeit des Reflexionsvermögens wird der Verlauf der Kantenunschärfe unsymmetrisch, die (durchgezogenen) Kurven bekommen ein Maximum $(N/N_0)_{max}$ und münden in die des Reflexionsvermögens ρ^2 ein. Der

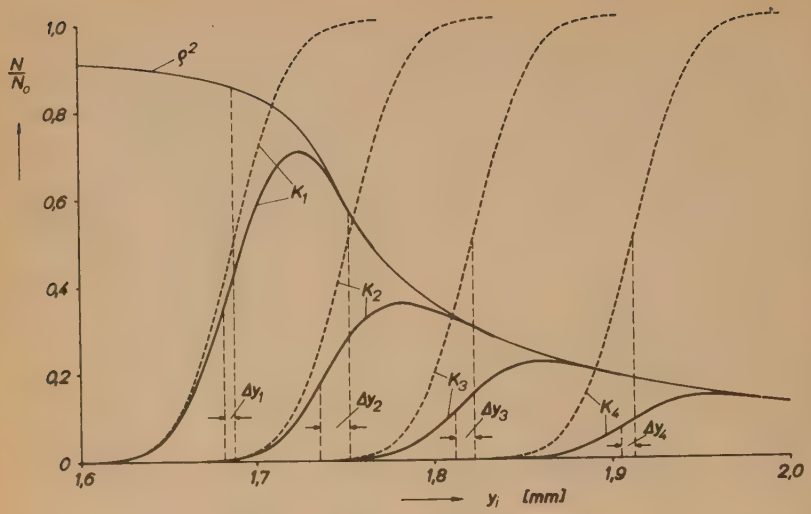

Abb. 14 Der Einfluß der Kantenunschärfe auf die Messung der Einfallsglanzwinkel i (berechnete Kurven). N/N_0 normierte Zählrate, y_i Lateralverschiebung des Zählrohres (wie Abb. 13), Δy Verschiebung der geometrischen Kantenlage. Geometrische Standardbedingungen (Seite 32).

---------- Kantenunschärfe in Projektion bzw. in Reflexion bei konstantem Reflexionsvermögen der Spiegeloberfläche,

———— Kantenunschärfe in Reflexion für verschiedene Einfallsglanzwinkel an der fokus-abgewandten Spiegelkante, diese Kurven münden ein in die für das Reflexionsvermögen $\rho^2 (i = f(y_i))$.

Wert y_i bei $0,5 \cdot (N/N_0)_{max}$ für die vier Beispiele stimmt nicht mit der geometrischen Lage der Kante überein, es ergeben sich Abweichungen Δy, die um so größer sind, je stärker sich das Reflexionsvermögen in der Nähe der Spiegelkante mit dem Einfallsglanzwinkel ändert. Der Verlauf der Kantenunschärfe in Reflexion läßt sich in guter Näherung dadurch berechnen, daß man den Verlauf in Projektion mit dem Reflexionsvermögen $\rho^2 (i(y_i))$ multipliziert. Die Näherung wird um so besser, je weniger sich das Reflexionsvermögen im Unschärfebereich ändert. Hier ergeben sich Verschiebungen der Kante bis zu $\Delta y = 1,6 \cdot 10^{-2}$ mm, was einem Fehler in der Winkelberechnung von $\Delta i = 3,6 \cdot 10^{-5}$ rad entspricht. Bei Glas BK 7 wie auch Aluminium sind das etwa 1 % vom Grenzwinkel der Totalreflexion.

4. Meßergebnisse für Glasspiegel BK 7

Das gemessene Reflexionsvermögen ρ^2 des Bor-Kron-Glases BK 7 für CuKα-Strahlung (λ = 1,54 Å) ist in den Abb. 15 und 16 als Funktion des Einfalls-Glanzwinkels i dargestellt.

In der Abb. 15 ist eine Folge von Registrierungen wiedergegeben, die Störeinflüsse bei der Messung des Reflexionsvermögens in divergenter Röntgenstrahlung besonders deutlich machen. Bei der Meßkurve 1 ist im Bereich der Totalreflexion ($i < 4 \cdot 10^{-3}$ rad) dem annähernd konstanten Reflexionsvermögen eine periodische Funktion überlagert, die sich sehr gut reproduzieren läßt, wenn der Spiegel in der Höhe parallel verschoben und ein anderer Winkelbereich benutzt wird (Kurve 2). Die Höhenverschiebung betrug 4,3 mm, so daß die zur Messung

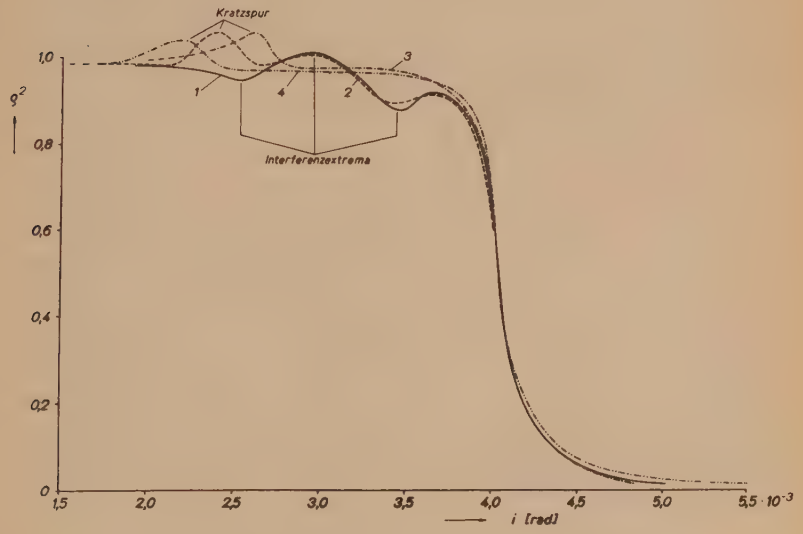

Abb. 15 Reflexionsvermögen ρ^2 des Bor-Kron-Glases BK 7 als Funktion des Einfallsglanzwinkels i für CuKα -Strahlung (λ = 1,54 Å). Folge von vier Registrierungen mit Störeinflüssen durch Oberflächenverunreinigung (Interferenzextrema) und durch geometrischen Spiegelfehler (Kratzspur).

in Kurve 1 (kleinster Glanzwinkel $i_{min} = 1,9 \cdot 10^{-3}$) und Kurve 2 ($i_{min} = 1,7 \cdot 10^{-3}$) benutzten Spiegelbereiche völlig unabhängig voneinander waren. Diese Extrema im Reflexionsvermögen mußten daher als Eigenschaft der gesamten Spiegeloberfläche angesehen werden, z.B. eine Oberflächenverunreinigung. Daher wurde der Spiegel von der Halterung entfernt und mit Seife 15 Minuten gewaschen, anschließend mit destilliertem Wasser gründlich gespült und mit chemisch reiner Watte getrocknet. In Kurve 3 sind die Extrema des Reflexionsvermögens im Bereich der Totalreflexion beseitigt, eine Wiederholung der Reinigung wie oben, wobei der Spiegel außerdem noch 10 Minuten in Azeton gebadet wurde, brachte keine Änderung der Meßergebnisse (Kurve 4). In den Kurven 2, 3 und 4 ist aber noch ein Maximum des Reflexionsvermögens enthalten, das sich durch eine Reinigung des Spiegels nicht beeinflussen ließ und das außerdem bei den verschiedenen Registrierungen eine verschiedene Winkellage zeigte. Diese war jedoch gekoppelt mit dem Glanzwinkel der an der Spiegelkante reflektierten Strahlung, wie die folgende Tabelle zeigt.

Nr. der Registrierung	Winkellage des Maximums	Glanzwinkel an der Spiegelkante	Winkeldifferenz
1	----	$1,96 \cdot 10^{-3}$	----
2	$2,38 \cdot 10^{-3}$	1,72	$0,66 \cdot 10^{-3}$
3	2,60	1,98	0,62
4	2,18	1,53	0,65

Tabelle I Lage des durch eine Kratzspur hervorgerufenen Reflexionsmaximums zur Spiegelkante

Die konstante Winkeldifferenz zeigt eindeutig, daß das Maximum durch eine geometrisch am Spiegel fixierte Unregelmäßigkeit, z.B. durch eine Kratzspur, hervorgerufen wurde. Halbwertsbreite des Maximums ($2,5 \cdot 10^{-4}$ rad) und Abstand der Spur vom Fokus (nahe der

fokus-abgewandten Spiegelkante, also ca. 25 mm) lassen auf eine Objektgröße von etwa 5 μ schließen.

Zur Deutung der Periodizität im Reflexionsvermögen des ungereinigten Spiegels wurde angenommen, daß es sich um Interferenzen an einer Schicht handelt, die sich über die gesamte Spiegeloberfläche erstreckt. Die Winkellage der Extrema erfüllen in guter Näherung die KIESSIGsche Interferenzbedingung, die graphische Auswertung (vgl. Seite 54) ergibt eine Schichtdicke von 180 Å und ein Dekrement des Brechungsindex $\delta = 2,3 \cdot 10^{-6}$. Die Lorentzsche Dispersionstheorie liefert (vgl. Formel 5.17a in [28])

$$\delta = 2,70 \cdot 10^{10} \cdot \frac{Z \cdot \rho}{A} \cdot \lambda^2 \quad , \qquad (18)$$

Z Ordnungszahl des Elementes mit dem Atomgewicht A. Für leichte Elemente ist $Z/A \approx 0,5$, so daß mit $\lambda = 1,54$ Å für die Dichte der Schicht $\rho = 0,7\ g \cdot cm^{-3}$ folgt. Es ist daher denkbar, daß das von der rotierenden Drehschieberpumpe (insbesondere beim Arbeiten mit Gasballast) zerstäubte Pumpenöl den vor der Versuchsserie lange frei im Labor stehenden Spiegel mit einem Ölfilm bedeckte, der sich dann durch Waschen mit Seife leicht wieder entfernen ließ. Vor allen weiteren Messungen wurde auf Grund dieser Erfahrung der Reinigung der Spiegel besondere Sorgfalt gewidmet.

In der Abb. 16 sind drei voneinander unabhängige Meßkurven (2, 3 und 4) für das Reflexionsvermögen ρ^2 von Glas BK 7 zusammengestellt. Die Reproduzierbarkeit der Messungen liegt bei $\Delta(\rho^2) = \pm 0,01$ und entspricht somit etwa der Genauigkeit, die auf Grund der nachgewiesenen Zählraten durch statistische Fehler zu erwarten sind. Das Reflexionsvermögen einer ebenen Grenzfläche läßt sich nach den Fresnelschen Formeln berechnen, es wird durch den Brechungsindex und den Absorptionskoeffizienten des Spiegelmaterials bestimmt. Man kann versuchen, diese beiden Konstanten so zu bestimmen, daß gemessener und berechneter Verlauf möglichst gut übereinstimmen. Die das Reflexionsvermögen bestimmenden Konstanten lassen sich jedoch auch nach anderen, vom Reflexionsvermögen unabhängigen Meßverfahren ermitteln und die damit berechnete Reflexionskurve sollte dann

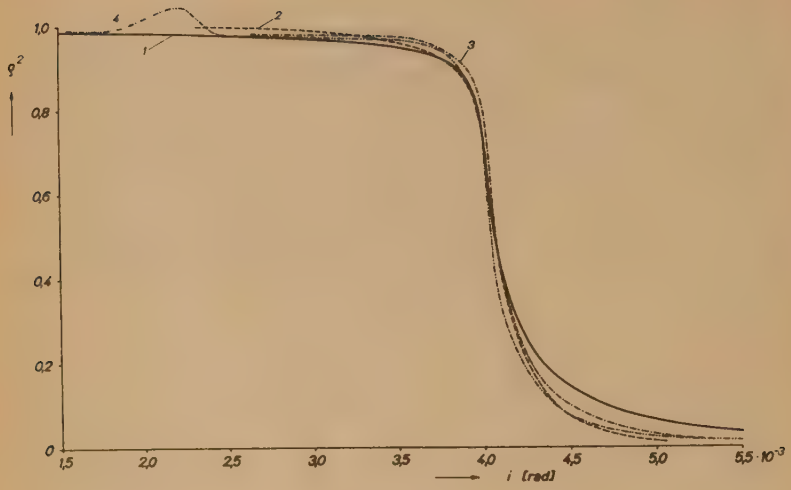

Abb. 16 Reflexionsvermögen ρ^2 des Bor-Kron-Glases BK 7 als Funktion des Einfallsglanzwinkels i für CuKα -Strahlung ($\lambda = 1,54$ Å). Drei unabhängige Meßkurven (2, 3 und 4).
Kurve 1: Nach den Fresnelschen Formeln berechnetes Reflexionsvermögen mit $\delta = 8,05 \cdot 10^{-6}$ (gemessen nach der Prismenmethode) und $k = 1,414 \cdot 10^{-7}$ (aus Schwächungsmessungen).

mit der gemessenen Übereinstimmung liefern. In Abb. 16 ist das mit unabhängig gemessenen Konstanten (s. den folgenden Abschnitt) für CuKα -Strahlung berechnete $\rho^2(i)$ eingetragen (Kurve 1). Im Bereich der Totalreflexion ($i < 4 \cdot 10^{-3}$ rad) ergibt sich im Rahmen der Meßgenauigkeit für ρ^2 gute Übereinstimmung, wie auch der Grenzwinkel der Totalreflexion $i_G = \sqrt{2\delta}$ sehr genau an der erwarteten Stelle liegt. Für $i > i_G$ ist jedoch das gemessene Reflexionsvermögen auffällig niedriger als das nach der Theorie mit unabhängig bestimmten Konstanten erwartete. Dieser bei allen Reflexionsmessungen an Glas immer wieder beobachtete Sachverhalt war Gegenstand eingehender Untersuchungen, die im folgenden diskutiert werden.

5. Die Messung von δ und k für Glas BK 7

Das Dekrement δ des Brechungsindex läßt sich am unmittelbarsten nach der Prismenmethode messen. Die Verwendung einer Mikrofokus-Röntgenröhre bringt hierbei eine wesentliche Vereinfachung des experimentellen Aufwandes, wie HINK und der Verfasser gezeigt haben [29]. Die in der vorliegenden Arbeit verwendeten Glasspiegel hatten alle eine optisch polierte, rechtwinklige Kante, die als Prisma für die Messung benutzt wurde. Das in [29] mitgeteilte Ergebnis an Glasspiegeln anderer Fertigung wurde für die in der Arbeit verwendeten Spiegel geprüft, wobei die Ausmessung des Prismenspektrogramms mit dem Proportionalzählrohr erfolgte, was die Genauigkeit etwas verbesserte. Es ergaben sich die Werte der Tabelle II.

Strahlung	λ [Å]	δ	$\frac{\delta}{\lambda^2}$ [Å^{-2}]	Fehler
CuK$\alpha_{1,2}$	1,538	$8,05 \cdot 10^{-6}$	$3,40 \cdot 10^{-6}$	$\pm$ 0,8 %
CuKβ	1,389	6,65	3,45	$\pm$ 0,5 %

Tabelle II Dekrement δ des Brechungsindex für Glas BK 7 nach der Prismenmethode

Innerhalb der Fehlergrenzen besteht Übereinstimmung mit [29]. Der wellenoptische Absorptionskoeffizient k hängt mit dem linearen Absorptionskoeffizienten μ zusammen über die Beziehung

$$\frac{4\pi}{\lambda} \cdot k = \mu, \qquad (19)$$

wobei λ die Wellenlänge der Strahlung ist. Da in dem in Frage stehenden Wellenlängenbereich ($\lambda > 1$ Å) der Anteil der Streuung an der Schwächung der Röntgenstrahlung gering ist, läßt sich der lineare Absorptionskoeffizient leicht dadurch messen, daß man in ein monochromatisches Strahlenbündel (Zählrate N_0) eine planparallele Probe des zu untersuchenden Stoffes bringt und die hinter der Probe auf das Zählrohr treffende Zählrate N mißt. Der Schwächungskoeffizient errechnet sich aus

$$\mu = \frac{1}{d} \cdot \ln\left(\frac{N_0}{N}\right), \qquad (20)$$

d ist die Dicke der Probe. Es war nicht möglich, die bei den Reflexionsmessungen verwendeten Spiegel direkt auszumessen, da diese zu dick waren (5 mm). Es wurden daher dünne Glasproben (Galvanometerspiegel) gleichen Materials (BK 7) mit Dicken von 0,1, 0,2 und 0,3 mm verwandt. Die Meßergebnisse sind im folgenden zusammengestellt:

Strahlung	λ [Å]	μ [cm^{-1}]	k	Fehler
$CuK\alpha_{1,2}$	1,538	116	$1,41 \cdot 10^{-7}$	$\pm$ 1 %
CuKß	1,389	87	0,96	$\pm$ 1 %

Tabelle III Schwächungskoeffizienten für Glas BK 7

6. Die Berechnung des Reflexionsvermögens für Glas BK 7

Fällt ein Parallelbündel der Vakuumwellenlänge λ vom Madium O (Luft) kommend mit der Amplitude Eins unter dem reellen Einfallswinkel φ_0 auf das unendlich ausgedehnte Medium 1 mit dem Brechungsindex $n_1 = n_1 - j \cdot k_1$, so ist der Fresnel-Koeffizient der in das Medium O reflektierten Welle (vgl. [17])

$$\mathfrak{r}_{0,1} = |\mathfrak{r}_{0,1}| \cdot e^{j\Theta_{0,1}} = \frac{\cos^2 \varphi_0 - (a_1^2 + b_1^2) + 2jb_1 \cos \varphi_0}{\cos^2 \varphi_0 + (a_1^2 + b_1^2) + 2a_1 \cos \varphi_0} \qquad (21)$$

Die Größen a_1 und b_1 berechnen sich für Röntgenstrahlen streifender Inzidenz aus

$$2a_1^2 = \sqrt{(i_0^2 - 2 \cdot \delta_1)^2 + 4(1 - 2 \cdot \delta_1)k_1^2} + (i_0^2 - 2 \cdot \delta_1) \quad ,$$

$$2b_1^2 = \sqrt{(i_0^2 - 2 \cdot \delta_1)^2 + 4(1 - 2 \cdot \delta_1)k_1^2} - (i_0^2 - 2 \cdot \delta_1) \quad . \qquad (22)$$

i_0 ist der Komplementärwinkel zu φ_0, $n_1 = 1 - \delta_1$,und für den Brechungsindex der Luft wurde der des Vakuums gesetzt ($n_0 = 1$). Das Reflexionsvermögen ist schließlich gegeben durch

$$\rho^2(i) = |\mathfrak{r}_{0,1}|^2 \quad . \qquad (23)$$

Mit den Werten des vorangegangenen Abschnittes wurde nach diesen Gleichungen das Reflexionsvermögen ρ^2 als Funktion des Einfalls-

glanzwinkels berechnet.

Da der Absorptionskoeffizient nicht an den verwendeten Glasspiegeln gemessen werden konnte, wurde bei festem Brechungsindex ($\delta = 8,05 \cdot 10^{-6}$) für verschiedene Absorption eine Kurvenschar berechnet (Abb. 17). Folgender Tatbestand ist der Darstellung zu entnehmen: Der durch das Dekrement des Brechungsindex bestimmte Grenzwinkel der Totalreflexion

$$i_G = \sqrt{2\delta} \quad , \tag{24}$$

bei dem das Reflexionsvermögen etwa 0,5 beträgt, wird hier, wo k eine Größenordnung kleiner als δ ist, durch die Absorption wenig beeinflußt, wie sich überhaupt das Reflexionsvermögen oberhalb des

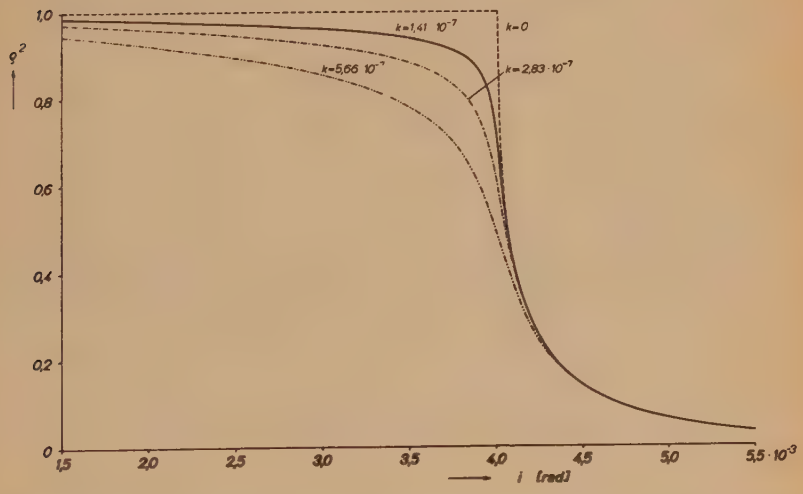

Abb. 17 Berechnetes Reflexionsvermögen des Glases BK 7 als Funktion des Einfallsglanzwinkels und Einfluß der Absorption auf den Kurvenverlauf.

——— $\delta_1 = 8,05 \cdot 10^{-6}$, $k_1 = 1,41 \cdot 10^{-7}$ (gemessene Werte)

- - - - - - - - - - $\delta_1 = 8,05 \cdot 10^{-6}$, $k_1 = 0$

. . . . . $\delta_1 = 8,05 \cdot 10^{-6}$, $k_1 = 2,83 \cdot 10^{-7}$

— . — . — . — $\delta_1 = 8,05 \cdot 10^{-6}$, $k_1 = 5,66 \cdot 10^{-7}$

Berechnung nach Formeln (21) und (22), $\lambda = 1,54$ Å (CuKα).

Grenzwinkels der Totalreflexion als vom Absorptionskoeffizienten nahezu unabhängig erweist. Nur der Verlauf für $i < i_G$ wird merklich durch k bestimmt.

Vergleicht man die gemessenen Reflexionskurven mit den berechneten (Abb. 16), so hat man in dem Bereich, in dem die Anhängigkeiten von δ und k stark sind, eine Übereinstimmung von etwa 2 %. Dieser Fehler liegt im Bereich der im Experiment erreichten Genauigkeit, die durch vier Meßgrößen bestimmt wird: Die reflektierte Intensität I, die auffallende Intensität I_0 (gemessen im am Spiegel vorbeigehenden Röntgenstrahl) und - da I und I_0 nicht gleichzeitig gemessen wurden - die Emission der Röntgenröhre im Zeitpunkt der I- bzw. I_0-Messung. Man hat also keine Veranlassung, andere Konstanten in die Berechnung der Fresnel-Koeffizienten einzuführen, um das gemessene Reflexionsvermögen besser zu approximieren.

Bei der Suche nach Gründen, warum das Reflexionsvermögen für Glanzwinkel oberhalb des Grenzwinkels der Totalreflexion kleiner als erwartet gemessen wird, ist der Einfluß der Strahlungszusammensetzung zu diskutieren. Auf Seite 27 war gezeigt, daß es zwei Komponenten sind, die einen Einfluß auf das gemessene Reflexionsvermögen nehmen können: Die Bremsstrahlung und die Kupfereigenstrahlung Kß. Zur Vereinfachung der Berechnung von ρ^2 wurde für die Bremsstrahlung, die noch im Kanal des Impulshöhenanalysators nachgewiesen wurde, eine gewichtete Wellenlänge aus dem Impulshöhenspektrum ermittelt ($\lambda = 1{,}62$ Å). Die unbekannten Werte für Brechungsindex und Absorptionskoeffizient wurden extrapoliert aus den bekannten Beziehungen $\frac{\delta}{\lambda^2} = \text{const.}$ und $\mu = A \cdot \lambda^n$. Als Berechnungsgrundlage dienten die Werte der Tabellen II und III; für den Bremsstrahlungsanteil wurde bei der Berechnung des Reflexionsvermögens benutzt $\delta = 8{,}92 \cdot 10^{-6}$, $k = 1{,}71 \cdot 10^{-7}$. Die berechneten Kurven sind in Abb. 18 gezeichnet, und zwar für die CuKα-Strahlung (1), für CuKß-Strahlung (2) und für die Bremsstrahlung (3). Außerdem sind für zwei verschiedene Strahlungszusammensetzungen Reflexionskurven gezeichnet, und zwar (4) CuKα und CuKß im Verhältnis der im Zählrohr ohne Verwendung eines Ni-Filters nachgewiesenen Anteile (83,3 % Kα, 16,7 %

Kß) und (5) CuKα (89,5 %), CuKß (0,6 %) und Bremsstrahlung (9,9 %) im Verhältnis der unter Standardbedingungen (vgl. Seite 32) nachgewiesenen Anteile.

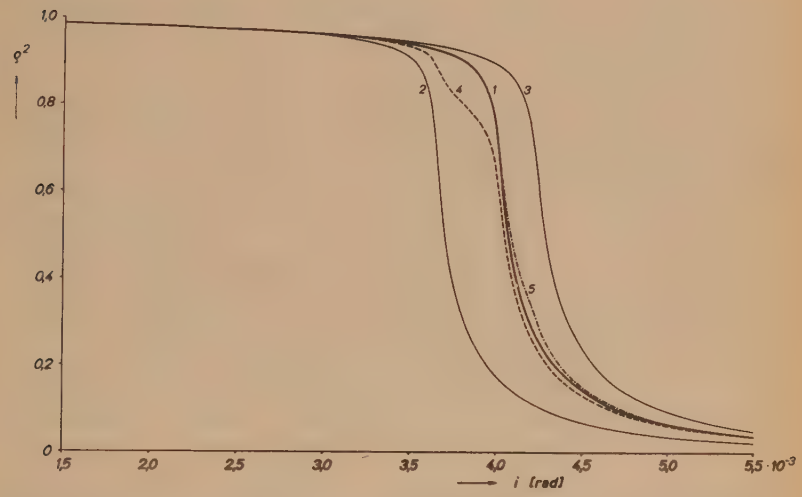

Abb. 18 Der Einfluß der Strahlungszusammensetzung auf das gemessene Reflexionsvermögen. Berechnete Kurven für folgende Strahlung: (1) CuKα (monochromatisch), (2) CuKß (monochromatisch), (3) im Kanal des Impulshöhenanalysators nachgewiesene Bremsstrahlung, gewichtete Wellenlänge 1,62 Å, (4) CuKα und CuKß im Verhältnis der im Zählrohr nachgewiesenen Anteile (ohne Ni-Filter), (83,3 % Kα, 16,7 % Kß), (5) CuKα (89,5 %), CuKß (0,6 %) und Bremsstrahlung (9,9 %), Strahlungszusammensetzung der Standardbedingungen auf Seite 32 .

Wesentliche Abweichungen vom Reflexionsvermögen für monochromatische CuKα-Strahlung ergeben sich nur, wenn auch CuKß nachgewiesen wird; diese Strahlung konnte aber durch Verwendung eines Nikkelfilters weitgehend eliminiert werden. Der Bremsstrahlungsanteil bewirkt in einem kleinen Winkelbereich oberhalb des Grenzwinkels der Totalreflexion eine Erhöhung des Reflexionsvermögens bis zu $\Delta(\rho^2) = 0,035$, der Einfluß dieses Fehlers auf die Messungen ist wegen der Fehler in i und ρ^2 (vgl. die Reproduzierbarkeit der Messungen in Abb. 16) zu vernachlässigen. Die Verwendung nicht rein

monochromatischer Strahlung liefert daher sicher auch nicht den Grund, daß die gemessenen unter den berechneten Reflexionskurven liegen.

7. Der Einfluß der nicht gerichteten Reflexion auf das gemessene Reflexionsvermögen

Die Vorstellung, die Spiegeloberfläche sei ideal eben, ist eine Modellannahme zur Idealisierung der Verhältnisse. Auch optisch polierte Gläser haben eine Oberflächenstruktur mit einer Rauhtiefe von etwa 20 Å [30] . Dies hat zur Folge, daß das Reflexionsgesetz nur im statistischen Mittel gilt und daß aus einem begrenzten Bündel ein Teil der Strahlung herausgestreut wird, um so mehr, je größer die Rauigkeit der Oberfläche und um so größer der Einfallsglanzwinkel ist. Photographische Untersuchungen von H. KIESSIG [1] und R. GROTH [31] führten im wesentlichen zu dem Ergebnis, daß eine Verbreiterung der Reflexe bei streifender Inzidenz der Röntgenstrahlen nicht auftritt. Um eine bessere Vorstellung über die Größenordnung der Streuung zu bekommen, wurde folgendes Experiment durchgeführt:

Von der Strahlung der Mikrofokus-Röntgenröhre wurde durch einen Spalt von 7 µ Breite in einem Abstand vom Fokus von 42,3 mm ein sehr schmales Bündel ausgeblendet (eine weitere Ausblendung war nicht möglich, da dann die Zählraten im Zählrohr zu klein wurden). Die Strahlungsstärke über die Breite des Bündels gab eine Gaußverteilung mit einer Streuung $\sigma_E = 0{,}6 \cdot 10^{-4}$ rad. Dieses Bündel wurde nun am Glasspiegel reflektiert und die Strahlungsstärke-Verteilung als Funktion des mittleren Einfallsglanzwinkels i_o mit dem Proportionalzählrohr ausgemessen.

Große Schwierigkeiten bereitete bei diesen Experimenten eine genaue Parallelstellung von Zählrohrspalt und Blendenspalt zur Oberfläche des Spiegels. Zunächst wurde der Zählrohrspalt parallel zum Blendenspalt justiert. Als Kriterium diente die scheinbare mittlere Streuung σ der Strahlungsstärkeverteilung über die Breite des ausgeblendeten Bündels, die bei Parallelstellung ein Minimum besitzt. Bei

der Reflexion am Spiegel wird das Bündel gekippt, solange nicht der Blendenspalt parallel zur Spiegeloberfläche steht. Man sucht im reflektierten Bündel wieder die Einstellung des Zählrohrspaltes mit minimaler Streuung σ auf, die im allgemeinen von der Einstellung im direkten Strahl abweicht. Beim Mittelwert beider Einstellungen ist der Zählrohrspalt parallel zur Spiegeloberfläche und man kann nun durch Drehen des Blendenspaltes diesen parallel zum Zählrohrspalt und damit zum Spiegel einstellen. Das Verfahren wurde solange wiederholt, bis sich keine Änderungen der Einstellungen der Mikrometer-Spindeln ergaben. Röntgenröhre und Proportionalzählrohr wurden unter Standardbedingungen (vgl. Seite 32) betrieben.

Mit zunehmendem Einfallsglanzwinkel i_o wurde die Verteilung der reflektierten Strahlung breiter. Reduzierte man die Zunahme der Halb-, Viertel- und Zehntelwertsbreite auf die Streuung σ_R der Gaußverteilung, so ergab sich übereinstimmend

$$\sigma_R = \sigma_1 + i_o \cdot \sigma_2 = (0,55 \pm 0,01)10^{-4} + i_o(14 \pm 2)10^{-4} \quad . \qquad (25)$$

Da eine beliebig enge Ausblendung des am Spiegel reflektierten Bündels nicht gelingt, hat man es immer mit einer - wenn auch schmalen - Verteilung zu tun, die durch die Streuung verbreitert wird. Hieraus ist ein Schluß zu ziehen auf die Verteilung $U(i^* - i)$, in die ein unter dem Glanzwinkel i mit einer Winkeldivergenz di auftreffendes Bündel übergeführt wird. Die unter dem mittleren Glanzwinkel i_o auf den Spiegel treffende Strahlung liefert wegen ihrer Gaußverteilung im Winkelbereich i ... i + di die Zählrate

$$N_E(i - i_o)di = \frac{N_o}{\sigma_E\sqrt{2\pi}} \cdot e^{-\frac{(i-i_o)^2}{2\sigma_E^2}} \cdot di \quad , \qquad (26)$$

die nach der Reflexion im Winkelbereich $i^* \ldots i^* + di^*$ die Zählrate

$$N_R \cdot di \cdot di^* = N_E(i - i_o) \cdot \rho^2(i) \cdot U(i^* - i) \cdot di \cdot di^* \qquad (27)$$

liefert. Die gemessene Verteilung setzt sich aus der Summe aller dieser Elemente zusammen, und da dies wieder eine Gaußverteilung (allerdings mit größerer Streuung) ist, folgt

$$\int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\rho^2(i)}{\sigma_E \cdot \sqrt{2\pi}} \cdot e^{-\frac{(i-i_o)^2}{2\sigma_E^2}} \cdot U(i^* - i) \cdot di \cdot di^* = \frac{\rho^2(i_o)}{\sigma_R \cdot \sqrt{2\pi}} \cdot e^{-\frac{(i^*-i_o)^2}{2\sigma_R^2}} \cdot di^* \qquad (28)$$

$\rho^2(i)$ und $\sigma_R(i)$ hängen sehr viel schwächer vom Winkel ab als die Exponentialfunktion, so daß man diese für eine Näherungslösung als konstant ansehen kann. Macht man für $U(i^* - i)$ den Ansatz

$$U(i^* - i) = \frac{1}{\sigma_U \cdot \sqrt{2\pi}} \cdot e^{-\frac{(i^* - i)^2}{2\sigma_U^2}} , \qquad (29)$$

folgt aus (28) durch Einsetzen und Ausführung der Integration

$$\frac{1}{\sqrt{\sigma_E^2 + \sigma_U^2} \cdot \sqrt{2\pi}} \cdot e^{-\frac{(i^* - i_o)^2}{2(\sigma_E^2 + \sigma_U^2)}} = \frac{1}{\sigma_R \cdot \sqrt{2\pi}} \cdot e^{-\frac{(i^* - i_o)^2}{2\sigma_R^2}} \qquad (30)$$

Durch Koeffizientenvergleich erhält man schließlich

$$\sigma_U^2 = \sigma_R^2 - \sigma_E^2 . \qquad (31)$$

Damit läßt sich nun die Streuung σ_U berechnen, da σ_E im Rahmen der Meßgenauigkeit für $i_o = 0$ gleich σ_R, also $\sigma_E = \sigma_1$ ist. Man erhält mit (25)

$$\sigma_U = \sqrt{2i_o \cdot \sigma_1 \cdot \sigma_2 + i_o^2 \cdot \sigma_2^2} . \qquad (32)$$

Für die benutzten Glasspiegel ergeben sich für die Streuung σ_U die Werte der Tabelle IV.

i_o	σ_U
$2 \cdot 10^{-3}$ rad	$1,8 \cdot 10^{-5}$ rad
3	2,2
4	2,5
5	2,9
6	3,2

Tabelle IV Ungerichtete Reflexion an Glas BK 7
i_o Glanzwinkel der auffallenden Strahlung mit idealisierter Streuung $\sigma_E \longrightarrow 0$. σ_U mittlere Streuung der Strahlungsstärke (Gaußverteilung) nach der Reflexion.

Die Streuung der reflektierten Strahlung ist nach den angegebenen Ergebnissen zu klein, um die Messung des Reflexionsvermögens der Spiegeloberfläche zu beeinflussen, da in einem Winkelbereich von einigen 10^{-5} rad das Reflexionsvermögen auch an der Grenze der Totalreflexion praktisch konstant ist. Die Extrema des Reflexionsvermögens bei Al-Aufdampfschichten, deren Winkeldifferenz bei dicken Schichten unter einigen 10^{-5} liegt, werden in ihrer Amplitude verflacht, z.T. sogar so verschmiert, daß sie als Extrema nicht mehr aufgelöst werden.

8. Abschließende Bemerkungen zum Reflexionsvermögen von Glas BK 7

Zur Diskussion der Abweichung zwischen gemessenem und berechnetem Reflexionsvermögen zurückkommend, kann man zusammenfassend folgendes bemerken:

Die Zusammensetzung der für die Reflexionsmessungen verwendeten Strahlung hat wenig Einfluß auf den Verlauf von ρ^2, so daß die Meßergebnisse als repräsentativ für CuKα -Strahlung angesehen werden können.

Man wird also die Voraussetzungen der Berechnung nach den Fresnelschen Formeln zu prüfen haben, um die Ursache der Abweichungen zu finden. Die Voraussetzung, daß die Grenzfläche zwischen beiden Medien (Luft, Glas) eben ist, scheint nach den Experimenten zur ungerichteten Reflexion hinreichend erfüllt. Die gute Übereinstimmung von Theorie und Experiment für Glanzwinkel, die kleiner als der Grenzwinkel der Totalreflexion sind, läßt darauf schließen, daß das optische Verhalten des Glases BK 7 im Röntgengebiet durch die unabhängig vom Reflexionsvermögen gemessenen Konstanten beschrieben wird und nur kleine Störungen den gemessenen Verlauf verursachen. N.J. SCOTT [12] beobachtet das gleiche Verhalten des Reflexionsvermögens für "soft glass" und versucht eine Deutung dadurch, daß wegen der Rauhigkeit der Oberfläche eine Oberflächenschicht geringerer mittlerer Dichte in die Berechnung einbezogen werden muß, daß also kein einfaches Grenzflächenproblem, sondern ein 3-Medien-Problem (Luft - Grenzschicht - Glas) vorliegt. Für diese Grenzschicht wird eine Dicke von 50 Å mit einer Dichte, die 80 % des Glases beträgt, angenommen und damit Übereinstimmung von Experiment und Modell erreicht. Chemische Veränderungen und Adsorption von Fremdelementen werden als Entstehungsursachen der Schicht angeführt. Durch die Einführung einer Oberflächenschicht werden weitere Konstanten in die Fresnel-Koeffizienten eingeführt [5], so daß durch die größere Zahl verfügbarer Parameter eine bessere Übereinstimmung der berechneten Kurve mit dem Experiment erreicht werden muß.

Es ist aber auch eine andere Interpretation der Abweichung möglich. E.A. PORAI-KOSHITS und N.S. ANDREYEV [32] berichten von einem Beugungsring, den sie durch Kleinwinkel-Streuung an "Vicor"-Glas erhielten und dem ein Radius der Inhomogenitäten von 100 - 900 Å entspricht. Wenn auch das Auftreten von Kleinwinkelstreuung an Glas durchaus nicht gesichert erscheint (vgl. die in [32] zitierte Literatur), so ist ihre Möglichkeit doch nicht auszuschließen. Deutet man die gemessene Abweichung des Reflexionsvermögens als ein überlagertes Beugungsminimum, so entspricht dem eine Gitterkonstante von 10^2 Å, die also in der Größenordnung der in [32] angegebenen liegt.

E. Das Reflexionsvermögen von Aluminium-Aufdampfschichten

Die Messung des Reflexionsvermögens der Al-Aufdampfschichten erfolgte in der gleichen Weise wie bei den Glasspiegeln. Zu den Betriebsbedingungen der Apparatur vgl. die Standardbedingungen auf Seite 32 , die Justierung des Zählrohrspaltes parallel zur Spiegeloberfläche und damit parallel zu den Interferenzstreifen ist auf Seite 34 beschrieben.

Die Aluminium-Schichten wurden wie früher [17] im Hochvakuum durch Aufdampfen aus einer zylindrischen Wolfram-Wendel hergestellt. Das Verdampfungsgut war 99,99 % reines Al der Firma E. Merck. Als Schichtträger dienten die in Abschnitt D untersuchten Glasquader aus dem Bor-Kron-Glas BK 7 von $20 \cdot 20 \cdot 5$ mm^3. Besondere Sorgfalt wurde auf ihre Reinigung verwandt; bei der Bedampfung wurde darauf geachtet, daß der Totaldruck im Rezipienten auch während der Bedampfung $2 \cdot 10^{-5}$ mm Hg nicht überstieg. Nach einer Arbeit von WALKENHORST [15] muß die Aufdampfgeschwindigkeit größer als 10 Å$\cdot$sec^{-1} sein, damit die Dichte der Aufdampfschicht gleich der des kompakten Materials ist. Diese Bedingung wurde bei der Herstellung der Schichten gut eingehalten, die Aufdampfgeschwindigkeiten betrugen 15 - 30 Å$\cdot$sec^{-1}.

Die Ausmessung des Reflexionsvermögens der Aufdampfschichten erfolgte unmittelbar nach ihrer Herstellung. Die mit dem Spiegel erforderliche Justierarbeit erforderte etwa 15 Minuten (einschließlich Transport von der Aufdampfapparatur und befestigen in der Halterung), die Messung einer Reflexionskurve 30 - 45 Minuten, so daß etwa eine Stunde nach Herstellung der Schicht die erste Reflexionskurve vorlag. Es wurden von jedem Spiegel mehrere Reflexionskurven in verschiedenen Winkelbereichen hintereinander hergestellt, da nur so eventuell am Spiegel fixierte, geometrische Unregelmäßigkeiten (z.B. Kratzspuren, Staub) eliminiert werden konnten (vgl. das Beispiel am Glasspiegel in Abb. 15). Obwohl sich die Wiederholungsmessungen über mehrere Stunden erstreckten, konnten keine systematischen Änderungen des

Reflexionsvermögens beobachtet werden, die durch eine Oxydation der Aluminium-Schichten verursacht sein könnte. Nach Untersuchungen von A. BOETTCHER und G. HASS [8] erreicht die Dicke der Oxydschicht nach einigen Stunden Werte von 10 - 20 Å. Diese Oxydhäute sind offenbar im Vergleich zu den hier untersuchten Al-Schichten im Dickenbereich von 500 - 3000 Å zu dünn, um das Reflexionsvermögen meßbar zu beeinflussen. Eine von N. J. SCOTT veröffentlichte Berechnung zeigt, daß eine Oxydschicht von 25 Å das Reflexionsvermögen von kompaktem Aluminium um etwa $\Delta(\rho^2) = 0,01$ anhebt ([12], Abb. 46), hier also im Bereich der Meßfehler liegt.

Die Interferenzextrema im Reflexionsvermögen der Aufdampfschichten genügen der KIESSIGschen Interferenzbedingung

$$n \cdot \lambda = 2d \cdot \sqrt{i^2 - 2\delta} + f_{0;1} - f_{1;2} \quad . \tag{33}$$

In der Formel [illegible] der ganzen Zahl der Interferenz, λ die Wellen[illegible] Beobachtung, d die Dicke der Schicht, i der [illegible] glanzwinkel, δ das Dekrement des Brechungsindex des Schichtmaterials. Nach [16] ist der Phasensprung an der Grenzfläche Vakuum (Luft)- Schicht $f_{0;1}$ in guter Näherung gleich Null, der an der Grenzfläche Schicht - Unterlage $f_{1;2} = \frac{\lambda}{2}$ (im Wellenlängenmaß). Setzt man $m = \frac{2n + 1}{2}$, so ist

$$m^2 = \frac{4}{\lambda^2} d^2 (i^2 - 2\delta) \quad , \tag{34}$$

d.h. die Quadrate der zu den Extrema gehörenden Einfallswinkel [illegible] ihrer Messung vgl. [illegible] - sind eine lineare Funktion von m^2, [illegible] durch die Interferenzordnung bestimmt sind. Die ausgemessenen Al-Schichten sind dieser [illegible] gezeichnet. Aus ihrem Anstieg gewinnt man [illegible] Aufdampfschicht, der Ordinatenabschnitt liefert das [illegible] 2δ des Brechungsindex. In Tabelle V sind die gefundenen Werte zusammengestellt. Der mittlere Fehler der Dickenmessung beträgt $\pm$ 5 Å, der Fehler der Einzelmessung für 2δ $\pm$ $0,1 \cdot 10^{-6}$. Als Mittelwert für das Dekrement des Brechungsindex folgt (unter Weglassung des Wertes für den Spiegel AN 6)

$$\delta_{Al} = (8,40 \pm 0,03) \cdot 10^{-6} \quad ,$$

der mit dem früher gewonnenen Wert besser als auf 0,5 % übereinstimmt [17]. Da die Messung der Einfallsglanzwinkel i hier mit größerer Sicherheit durchgeführt werden konnte - der Unschärfeverlauf der Spiegelkante in Projektion und Reflexion ermöglichte die genaue Festlegung ihrer geometrischen Lage - ist der hier angegebene Wert als der genauere anzusehen.

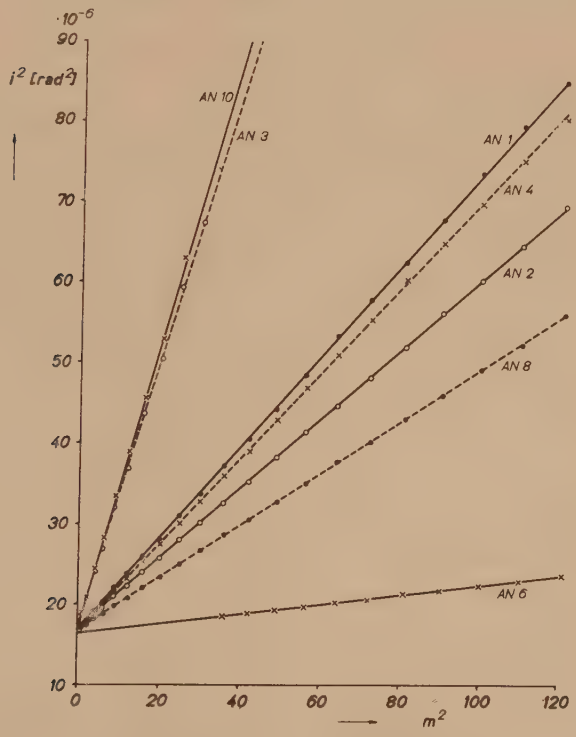

Abb. 19 Quadrat des Einfallsglanzwinkels i als Funktion von m^2 (KIESSIGsche Geraden, Gleichung (34)) für die ausgemessenen Aluminium-Aufdampf-Schichten.
Die Meßpunkte der ersten Interferenzordnungen sind zum Teil weggelassen.

Spiegel Nr.	d [Å]	2δ
AN 10	577	$16,99 \cdot 10^{-6}$
AN 3	596	16,84
AN 1	1021	16,71
AN 4	1049	16,67
AN 2	1165	16,89
AN 8	1345	16,74
AN 6	3165	16,42

Tabelle V Schichtdicke d und doppeltes Dekrement 2δ des Brechungsindex der untersuchten Al-Aufdampfschichten.

Für die hier untersuchten Aluminium-Schichten wird der Verlauf des Reflexionsvermögens im wesentlichen durch das Reflexionsvermögen der Grenzschicht Aluminium - Luft bestimmt. Die endliche Dicke der Schicht führt zur Ausbildung der Interferenzen, dem Reflexionsvermögen des kompakten Materials überlagert sich eine periodische Funktion, deren Amplitude mit wachsendem Glanzwinkel abnimmt. Steht keine elektronische Rechenmaschine zur Verfügung, um den großen Aufwand zu bewältigen, den die Berechnung des Reflexionsvermögens geschichteter Medien erfordert - vgl. die Formeln in [17] - kann man Theorie und Experiment vergleichen, indem man von der Tatsache Gebrauch macht, daß die Oszillationen symmetrisch um das Reflexionsvermögen ρ^2_{Al} des unendlich ausgedehnten Mediums liegen müssen. Dieses wurde nach den Gleichungen (21) bis (23) berechnet, wobei folgende Konstanten benutzt wurden: $\delta_{Al} = 8,40 \cdot 10^{-6}$ (Mittelwert aus den Interferenzmessungen, $k_{Al} = 1,63 \cdot 10^{-7}$ (Berechnung nach (19) aus dem Literaturwert des Schwächungskoeffizienten [33]). Da der Brechungsindex der Schichten mit dem des kompakten Materials übereinstimmt, kann man sagen, daß die zur Berechnung benutzten optischen Konstanten auch hier unabhängig sind von den Reflexionsmessungen.

Das gemessene Reflexionsvermögen für Aluminium-Aufdampfschichten ist in den Abb. 20a-g dargestellt (durchgezogene Kurve). Daneben ist das berechnete Reflexionsvermögen des kompakten Materials ρ^2_{Al} (gestrichelte Kurve) eingezeichnet, außerdem die Interfe-

renzordnungen nach (33). ρ^2_{Al} läuft befriedigend symmetrisch durch die gemessenen Kurven im Bereich der Interferenzextrema, für Glanzwinkel im Bereich der Totalreflexion stimmen Theorie und Messung im Rahmen der Meßgenauigkeit überein. Geringe Abweichungen von der Symmetrie treten bei den Spiegeln AN 8 und AN 4 auf, doch liegen die gemessenen Reflexionskurven nicht so weit unter den zu erwartenden wie bei Glas BK 7.

Für die Spiegel AN 4 und AN 1 ist ein weiterer Vergleich mit der Theorie möglich. Aus der Arbeit [17] standen elektronisch errechnete Werte einer Al-Aufdampfschicht von 1045 Å zur Verfügung. Da die Spiegel AN 4 und AN 1 ähnliche Schichtdicken hatten, ist der errechnete Verlauf der 1045 Å-Schicht in die Abb. 20c und 20d strichpunktiert eingezeichnet. Die Amplituden der dem Reflexionsvermögen des kompakten Materials überlagerten Oszillationen stimmen im wesentlichen mit den berechneten überein. Auffällig ist jedoch, daß sie stärker ausgeprägt sind als nach der Berechnung zu erwarten, denn alle experimentellen Unzulänglichkeiten führen zu einer Verschmierung des Interferenzbildes. Die Ursache muß also in einer Eigenschaft des geschichteten Mediums gesucht werden. Um sie experimentell erfassen zu können, müßte man Schichtträger verwenden, deren Reflexionsvermögen im Gegensatz zu Glas BK 7 durch zwei Konstanten δ und k vollständig zu beschreiben sind. Erst dann können aus dem Vergleich mit dem theoretischen Verlauf einwandfreie Schlüsse gezogen werden.

Bei den beiden Schichten unter 600 Å (Abb. 20a und 20b) wurde ein Minimum des Reflexionsvermögens unterhalb des Grenzwinkels der Totalreflexion gefunden (in den Abbildungen punktiert), wie es auch früher beobachtet war [17].

Große Abweichungen zeigt das Reflexionsvermögen des Spiegels AN 6 vom berechneten Verlauf. Die große Schichtdicke von mehr als 3000 Å konnte nur mit Mühe durch Verdampfen aus einer einzigen Wolframwendel hergestellt werden. Es ist denkbar, daß durch den verhältnismäßig lange dauernden Verdampfungsprozeß die Struktur der Schicht verändert wurde. Die Lage des Grenzwinkels der Totalreflexion und

Abb. 20a-g Reflexionsvermögen von Aluminium-Aufdampfschichten als Funktion des Einfallsglanzwinkels i.
———— gemessenes Reflexionsvermögen der Aufdampfschicht,
---------- berechnetes Reflexionsvermögen des kompakten Materials,
— · — · — · — berechnetes Reflexionsvermögen einer 1045 Å dicken Aufdampfschicht (Abb. 20c und 20d).
n Interferenzordnung nach Gleichung (33), d_R röntgenoptisch ermittelte Dicke der Aufdampfschicht nach (34).

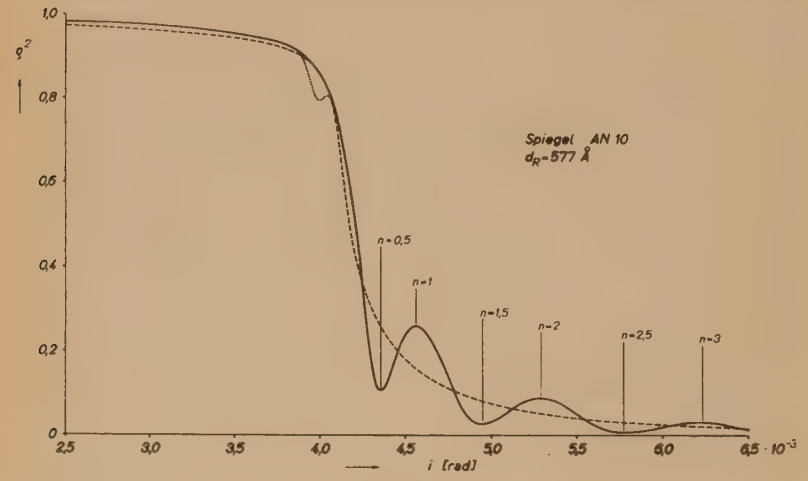

Abb. 20a

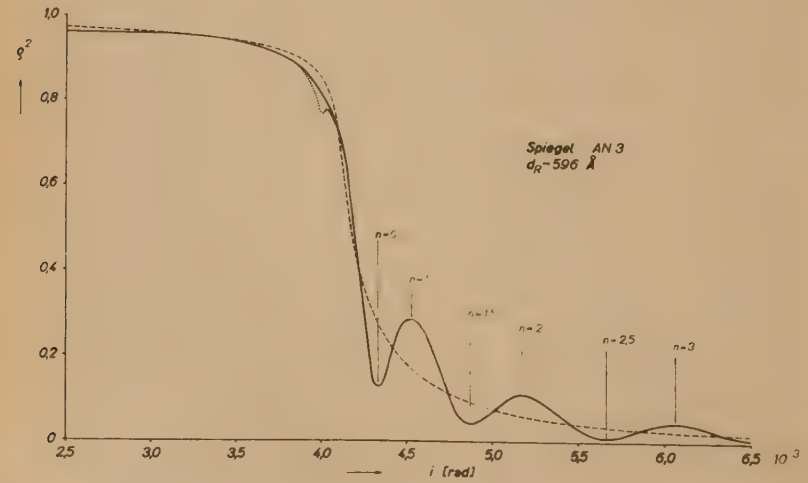

Abb. 20b

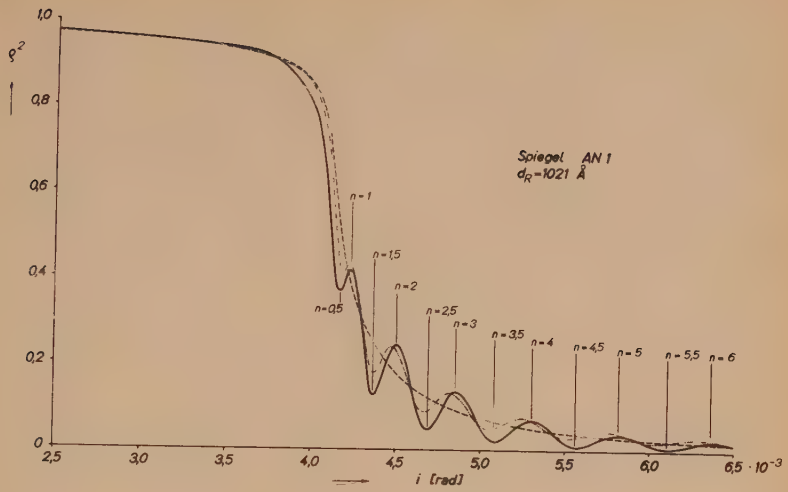

Abb. 20c

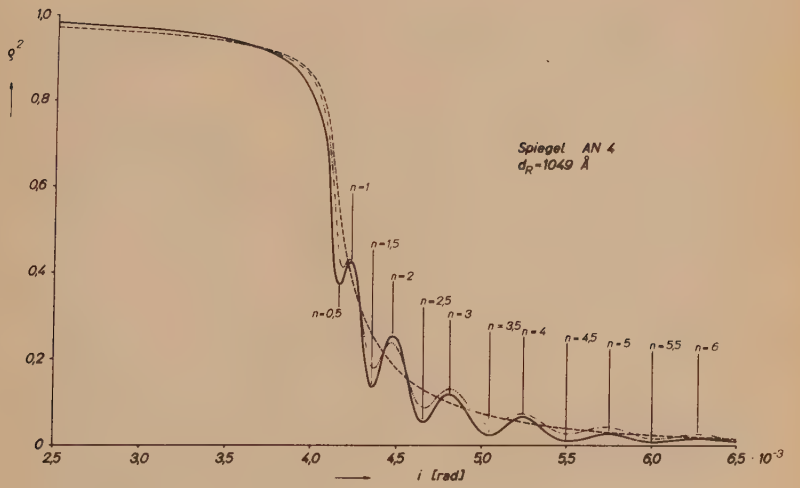

Abb. 20d

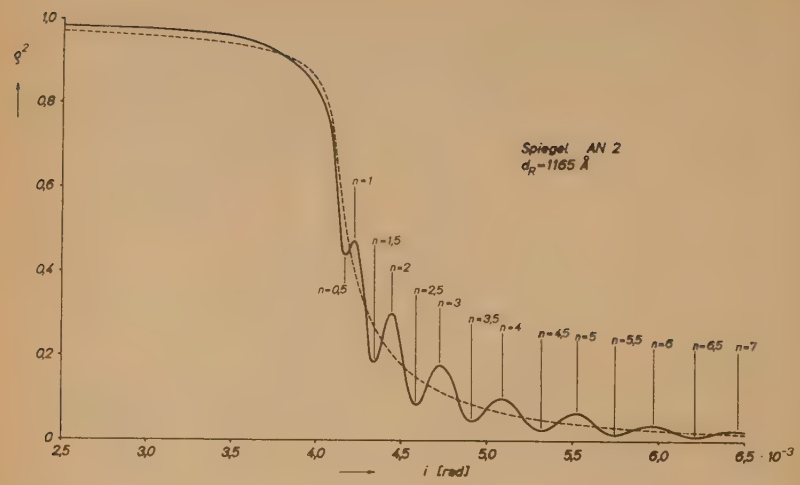

Abb. 20e

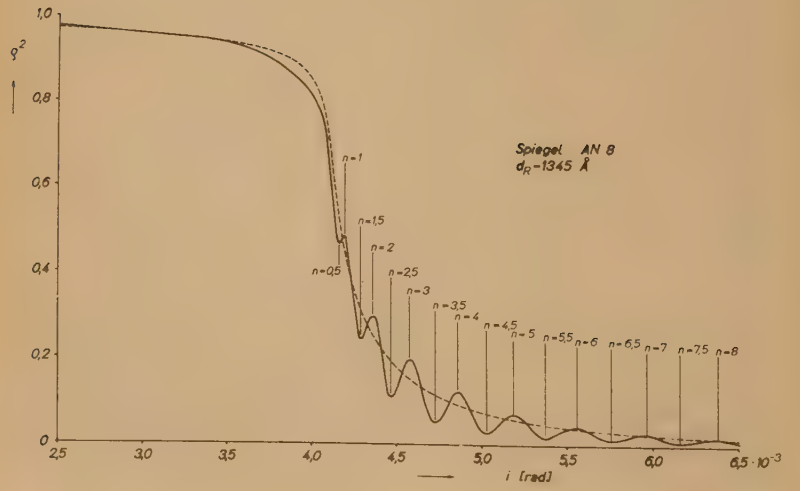

Abb. 20f

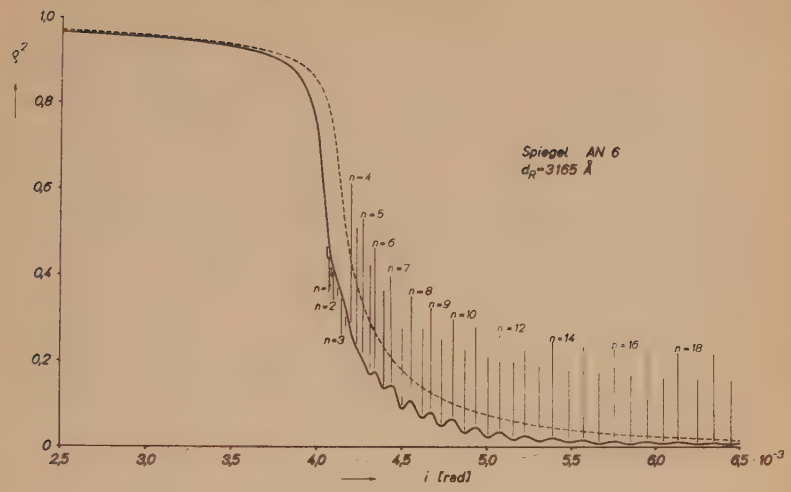

Abb. 20g

das gemessene Dekrement des Brechungsindex deuten auf eine mittlere Dichte der Schicht, die mehrere Prozent unter dem Normalwert liegt. Während bei den anderen untersuchten Schichten immer die erste Interferenzordnung aufgelöst werden konnte, ist es bei dem Spiegel AN 6 erst die sechste. Die 3., 4. und 5. Ordnung sind auf den Registrierstreifen noch deutlich als Bucke im Reflexionsvermögen zu erkennen. Bei dieser Schichtdicke macht sich schon der Einfluß der nicht gerichteten Reflexion bemerkbar, der auf Seite 48 diskutiert worden ist.

Auf Grund der Meßergebnisse darf man sagen, daß sich das Reflexionsvermögen von Aluminium-Aufdampfschichten - solange die Dicke der Oxydhaut klein ist gegen die Schichtdicke - durch eine 3-Medien-Theorie (Luft - Aluminium - Glas) beschreiben läßt, wobei die optischen Konstanten der Schicht durch Brechungsindex und Absorptionskoeffizient des kompakten Materials gegeben sind, d.h. also unabhängig von den Reflexionsmessungen gewonnen werden können.

Dieses Ergebnis steht im Gegensatz zu allen früheren Untersuchungen an Aluminium-Aufdampfschichten. R. W. HEINRICH [6] findet

einen zu kleinen Wert für das Dekrement δ des Brechungsindex, einen zu großen für den wellenoptischen Absorptionskoeffizienten k. L.M. RIESER [7] muß seinen Wert für δ vergrößern - was er durch den Einfluß einer, wenn auch unverhältnismäßig dicken Oxydschicht erklärt - um die berechneten Kurven mit den gemessenen in Übereinstimmung zu bringen. R.C. DUNCAN findet in einer Arbeit (nach [12]) an 5000 Å dicken Aufdampfschichten erhebliche Abweichungen zwischen gemessenen und errechneten Kurven nicht nur im Bereich der Interferenzextrema, sondern auch im Bereich der Totalreflexion. Nach den Meßergebnissen DUNCANs müßte der Absorptionskoeffizient um den Faktor 2 vergrößert werden, um im Bereich der Totalreflexion Übereinstimmung zu erzielen. Der Grenzwinkel der Totalreflexion stimmt bei ihm mit dem des kompakten Materials überein, damit auch δ . Er hält es jedoch kaum für möglich, daß der experimentelle Wert für den Absorptionskoeffizienten so falsch sein sollte und daher für nicht ausgeschlossen, daß Oberfläche und Inneres der Aufdampfschicht Unregelmäßigkeiten mit einer Größe von weniger als 500 Å besitzen, deren Einfluß zwar nicht groß genug ist, ein ausgesprochenes Minimum durch Kleinwinkelstreuung zu liefern, die aber doch als störende Streuzentren wirken. Diese widersprüchlichen Ergebnisse lassen nur den Schluß zu, daß die Herstellung der Schichten einen wesentlichen Einfluß auf das Reflexionsvermögen der Schicht hat, so daß der Einhaltung sauberer Aufdampfbedingungen besondere Bedeutung zukommt.

F. Zusammenfassung

In Fortsetzung früherer Arbeiten [16] , [17] wird das Reflexionsvermögen des Bor-Kron-Glases BK 7 und das von Aluminium-Aufdampfschichten für CuKα -Strahlung nach der dort angegebenen Methode mit divergenter Röntgenstrahlung untersucht. Der Nachweis der Strahlung erfolgt mit einem Proportionalzählrohr und nachfolgendem Impulshöhenanalysator. Die CuKß-Strahlung wird durch ein Nikkelfilter unterdrückt, der Einfluß der im Kanal des Impulshöhenanalysators nachzuweisenden Bremsstrahlung auf die Messung des Reflexionsvermögens ist im Rahmen der erreichten Meßgenauigkeit zu vernachlässigen.

Es wird ein Verfahren angegeben, durch Vergleich der Zählraten in zwei Zählkreisen bei Verwendung einer Röntgenröhre als Strahlenquelle die Zählverluste beider Kreise experimentell zu bestimmen.

Die Zählverluste im Kanal eines Registrierkreises mit Einkanal-Impulshöhenanalysators hängen vom Verhältnis der Gesamtzählrate zu der im Kanal nachgewiesenen Zählrate ab. Die gemessene Abhängigkeit ist durch den Einfluß der Zählstatistik allein nicht zu erklären, vielmehr werden die Zählverluste bei Messungen im Kanal dadurch vergrößert, daß durch Veränderung der Impulshöhe im Spektrometer zusätzlich Impulse der Zählung im Kanal verloren gehen. Es ist daher von Vorteil, durch geeignete Vorfilterung der Strahlung dafür zu sorgen, daß möglichst alle das Zählrohr treffende Quanten als nutzbar beim Nachweis verwendet werden können.

Das gemessene Reflexionsvermögen des Glases BK 7 weicht vom berechneten für Einfallsglanzwinkel oberhalb des Grenzwinkels der Totalreflexion ab, wenn man in die Fresnelschen Formeln Zahlenwerte für Brechungsindex und Absorptionskoeffizient einführt, die unabhängig vom Reflexionsvermögen nach anderen Methoden bestimmt werden. Es wird gezeigt, daß eine Abänderung der Konstanten nicht zu einer besseren Approximation der gemessenen Kurven führt, d.h. für die unter-

suchte Glassorte kann das Reflexionsvermögen nicht durch das einfache Modell einer Grenzschicht beschrieben werden.

Das Reflexionsvermögen von Aluminium-Aufdampfschichten wird im Dickenbereich 500 - 3000 Å untersucht. Es stimmt mit dem aus einer 3-Medien-Theorie berechneten überein, die optischen Konstanten sind die gleichen wie die des kompakten Materials. Für das Verhalten der Aufdampfschichten ist die Einhaltung sauberer Herstellungsbedingungen von großer Bedeutung. Die Genauigkeit der Winkelmessung im Interferenzdiagramm der Aufdampfschichten wird durch die Verwendung eines Zählrohres auf 0,5 % verbessert gegenüber 1 % beim photographischen Nachweis.

G. Literatur

[1] KIESSIG, H., Ann. Phys. 10 (1931) 715

[2] KIESSIG, H., Ann. Phys. 10 (1931) 769

[3] RIEDMILLER, R., Ann. Phys. 20 (1934) 377

[4] ODENBACH, F., Ann. Phys. 38 (1940) 469

[5] WOLTER, H., Handbuch der Physik, Bd. 24, Seite 461 ff., Berlin: Springer 1956

[6] HENDRICK, R.W., J. Opt. Soc. Amer. 47 (1957) 165

[7] RIESER, L.M., J. Opt. Soc. Amer. 47 (1957) 987

[8] BOETTCHER, A. und G. HASS, Optik 6 (1950) 299

[9] PARRATT, L.G., Phys. Rev. 95 (1954) 359

[10] PARRATT, L.G., Phys. Rev. 99 (1955) 1635

[11] PARRATT, L.G., J. Chim. phys. 53 (1956) 597

[12] SCOTT, N.J., Techn. Rep. No. 11, Dep. Phys., Cornell University, Ithaca, New York 1957

[13] WAINFAN, N., N.J. SCOTT und L.G. PARRATT, J. appl. Phys. 30 (1959) 1604

[14] WAINFAN, N. und L.G. PARRATT, J. appl. Phys. 31 (1960) 1331

[15] WALKENHORST, W., Diss. Techn. Hochsch. Hannover 1940, Z. techn. Phys. 22 (1941) 14

[16] HINK, W. und W. PETZOLD, Z. angew. Phys. 10 (1958) 135

[17] HINK, W. und W. PETZOLD, Z. angew. Phys. 10 (1958) 553

[18] HINK, W., Stockholm X-Ray Symposium 1959, Amsterdam: Elsevier Publishing Company

[19] SANDSTRÖM, A.E., Handbuch der Physik, Bd. 30, Seite 108 ff., Berlin: Springer 1957

[20] TROST, A., Z. angew. Phys. 10 (1958) 404

[21] FAIRSTEIN, E., a) Rev. sci. Instrum. 27 (1956) 475
b) Rev. sci. Instrum. 27 (1956) 549

[22] FÜNFER, E. und H. NEUERT, Zählrohre und Szintillationszähler, Karlsruhe: G. Braun 1959,
a) Seite 12 ff., b) Seite 227 ff.,
c) Seite 82 f.

[23] PARRISH, W. und T.R. KOHLER, Rev. sci. Instrum. 27 (1956) 795

[24] MULVEY, T. und A.J. CAMPBELL, Brit. J. appl. Phys. 9 (1958) 406

[25] TANAKA, K., K. KATAYAMA und T. AMANO, Rev. sci. Instrum. 31 (1960) 467

[26] GUINIER, A., X-Ray Crystallographic Technology, London: Hilger and Watts Ltd. 1952

[27] KULENKAMPFF, H., Ann. Phys. 69 (1922) 548

[28] BLOCHIN, M.A., Physik der Röntgenstrahlen, Seite 181, Berlin: VEB Verlag Technik 1957

[29] HINK, W. und W. PETZOLD, Naturwiss. 45 (1958) 107

[30] HINK, W., X-Ray Microscopy and Microradiography, Seite 160 ff., New York: Academic Press Inc. 1957

[31] GROTH, R., Ann. Phys. 2 (1959) 380

[32] PORAI-KOSHITS, E.A. und N.S. ANDREYEV, Nature 182 (1958) 335

[33] COMPTON, A.H. und S.K. ALLISON, X-Rays in Theory and Experiment, App. IX, Tabelle I, New York: D. van Norstrand Comp., Inc., 1935

Die vorliegende Dissertation entstand im I. Physikalischen Institut der Freien Universität Berlin unter der Anleitung seines Direktors Herrn Prof. Dr. H. Lassen in den Jahren 1958 bis 1961.

Herrn Prof. Dr. H. Lassen bin ich für die Hilfe und Förderung, die er mir während meines Studiums und bei der Durchführung der vorliegenden Arbeit zuteil werden ließ, zu tiefem Dank verpflichtet.

Herrn Dr. W. Hink danke ich für viele anregende Diskussionen, den Angehörigen der Institutswerkstatt, insbesondere Herrn Muschert für den Bau der verwendeten Apparatur, die in allen Punkten den Anforderungen gerecht wurde.

Lebenslauf

Am 28. Mai 1927 wurde ich als erster Sohn des Schriftleiters Paul Petzold und seiner Ehefrau Margarethe in Berlin geboren. Nach vier Grundschuljahren besuchte ich von 1937 an die "Städtische Realschule Berlin-Britz", die 1938 in der "Albrecht Dürer-Schule" (Oberschule für Jungen, Berlin-Neukölln) aufging. Im Februar 1943 wurde ich als Luftwaffenhelfer im Raum Berlin eingesetzt und erhielt auf Grund meiner Einberufung zum Arbeitsdienst im September 1944 den Reifevermerk. Am 25. März 1945 geriet ich in amerikanische Kriegsgefangenschaft. Nach meiner Entlassung (Juni 1946) besuchte ich nochmals eine Oberschule und bestand am 31. März 1947 mit dem Prädikat "gut" die Reifeprüfung.

Bis zum Beginn meines Studiums arbeitete ich als Praktikant an der Sternwarte Babelsberg. Zum Sommersemester 1949 wurde ich als Studierender für das Hauptfach Physik an der Freien Universität Berlin immatrikuliert. Im November 1951 bestand ich die Diplom-Vorprüfung mit der Note "sehr gut". Meine experimentelle Diplomarbeit - "Untersuchungen über die Absorption von ultraviolettem Licht in Luft" - führte ich im I. Physikalischen Institut der Freien Universität unter Anleitung von Herrn Prof. Dr. H. Lassen durch und bestand die Diplomprüfung mit der Note "sehr gut" am 19. Juli 1956.

Während des Studiums habe ich Vorlesungen und Übungen bei folgenden Herren Professoren und Dozenten besucht: F. Bülow, A. Dinghas, W. Grotrian, H. Kienle, E. Kosiol, H. Lassen, W. Lautsch, G. Ludwig, F. Neiß, G. Ormanns, M. Päsler, R. Ritter, E. Ruska, G. Schenck, E. Schmidt, G. Stegemann, W. Stein.

Ich war vom Oktober 1951 an als studentische Hilfskraft im I. Physikalischen Institut tätig, im SS 1956 als wissenschaftliche Hilfskraft. Am 1. November 1956 wurde ich mit der Wahrnehmung einer Assistentenstelle beauftragt, mit Wirkung vom 1. April 1957 unter Berufung in das Beamtenverhältnis zum wissenschaftlichen Assistenten ernannt.

Seit dem 21. Juli 1956 bin ich verheiratet und habe zwei Kinder.